



TESIS - TK142541

PEMBUATAN BIOFUEL DARI MINYAK KELAPA DENGAN BANTUAN GELOMBANG *ULTRASONIC*

Oleh:
Eko Supriadi
2314201014

Dosen Pembimbing :
Prof. Dr. Ir. Danawati Hari P., M.Pd.
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

**PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**



THESES - TK142541

ULTRASOUND-ASSISTED OF BIOFUEL PRODUCTION FROM *COCONUT OIL*

by:
Eko Supriadi
2314201014

Supervisor :
Prof. Dr. Ir. Danawati Hari P., M.Pd.
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

MASTER PROGRAM
DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRIAL ENGINEERING
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2016

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

PEMBUATAN BIOFUEL DARI MINYAK KELAPA DENGAN BANTUAN GELOMBANG *ULTRASONIC*

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Teknik (M.T)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

Eko Supriadi

NRP. 2314201014

Tanggal Ujian : 14 Juli 2016
Periode Wisuda : September 2016

Disetujui oleh:

Prof. Dr. Ir. Danawati Hari P., M.Pd. (Pembimbing)
NIP.19510729 198603 2 001

Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA. (Co-Pembimbing)
NIP. 19610802 198601 1001

Prof. Dr. Ir. Achmad Rosyadi, DEA. (Penguji)
NIP. 19500428 197903 1 002

Dr. Ir. Sri Rahmania Juliastuti, M.Eng. (Penguji)
NIP. 19590730 198603 2 001

Dr. Tantular Nurtono, ST., M.Eng. (Penguji)
NIP. 19720520 199702 1 001

Direktur Program Pascasarjana



Prof. Ir. Djuhar Manfaat, M.Sc., Ph.D.
NIP. 19601202 198701 1 001

(halaman ini sengaja dikosongkan)

PEMBUATAN BIOFUEL DARI MINYAK KELAPA DENGAN BANTUAN GELOMBANG *ULTRASONIC*

Nama : Eko Supriadi

NRP : 2314201014

Dosen Pembimbing: 1. Prof.Dr.Ir. Danawati Hari P., M.Pd.

2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

Abstrak

Bahan bakar minyak bumi merupakan salah satu sumber energi utama yang banyak digunakan berbagai negara di dunia pada saat ini. Kebutuhan bahan bakar ini selalu meningkat, seiring dengan penggunaannya dibidang industri maupun transportasi. Ketersediaan bahan bakar minyak bumi terbatas dan sifatnya tidak terbarukan, sehingga diprediksikan akan ada kelangkaan bahan bakar minyak. Kelangkaan inilah yang menimbulkan adanya krisis energi di dunia, sehingga membutuhkan sumber energy alternatif diantaranya biofuel.

Penelitian ini bertujuan untuk membuat Biofuel dalam hal ini *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) dari minyak kelapa secara *batch* melalui proses transesterifikasi metanol, menggunakan bantuan *Ultrasonic* dengan katalis heterogen yaitu : $K/\gamma-Al_2O_3$ dan $Ca/\gamma-Al_2O_3$. Reaksi dilakukan dengan menggunakan variabel perbandingan mol minyak kelapa:metanol (1:9) mol, konsentrasi berat katalis untuk tiap-tiap katalis $K/\gamma-Al_2O_3$ dan $Ca/\gamma-Al_2O_3$ terhadap minyak kelapa (0,5% ; 1,0% ; 1,5% ; 2% dan 2,5%), waktu reaksi (30, 60, 90, 120 dan 150 detik) dan variasi gelombang pada *ultrasonic* (20 dan 40 KHz).

Proses pembuatan Biofuel dilakukan melalui tahap preparasi katalis $K/\gamma-Al_2O_3$ dan $Ca/\gamma-Al_2O_3$, tahap reaksi transesterifikasi, tahap pemisahan dan pemurnian dari *impurities* dan tahap analisa hasil. Analisa hasil biofuel antara lain adalah analisa densitas, viskositas, *yield* dan *Flash Point*. Proses transesterifikasi minyak kelapa menggunakan gelombang ultrasonic menghasilkan FAME yaitu pada konsentrasi katalis $K/\gamma-Al_2O_3$ 2,5% dengan waktu reaksi 150 detik dan frekuensi gelombang ultrasonic 40 kHz menghasilkan *yield* FAME sebesar 93,19%. Untuk katalis $Ca/\gamma-Al_2O_3$ diperoleh *yield* sebesar 29,76% pada frekuensi gelombang ultrasonic 40 kHz, konsentrasi katalis 2,5% dan waktu reaksi 150 detik. Dari hasil perhitungan kinetika reaksi diperoleh bahwa reaksi transesterifikasi minyak kelapa menggunakan gelombang ultrasonic merupakan reaksi dengan orde reaksi 1. Diperoleh nilai k untuk katalis $K/\gamma-Al_2O_3$ $(0,053 - 0,058)^{-s}$ dan untuk katalis $Ca/\gamma-Al_2O_3$ $(0,0012 - 0,0023)^{-s}$. Dan energi aktivasi untuk katalis $K/\gamma-Al_2O_3$ 6,287 kJ/mol dan katalis $Ca/\gamma-Al_2O_3$ 5,251 kJ/mol

Kata kunci: transesterifikasi, katalis $K/\gamma-Al_2O_3$, katalis $Ca/\gamma-Al_2O_3$, minyak kelapa, Biofuel, FAME, *Ultrasonic*

(halaman ini sengaja dikosongkan)

ULTRASOUND-ASSISTED OF BIOFUEL PRODUCTION FROM COCONUT OIL

By : Eko Supriadi
Student Identity Number : 2314201014
Supervisor : 1. Prof. Dr. Ir. Danawati Hari P., M.Pd.
2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

ABSTRACT

Petroleum fuels is one of the main energy source used by many countries in the world today. Fuel needs are always increasing, along with its use in industrial and transportation. The availability of petroleum fuels is limited and is not renewable, so that will take place for scarcity of fuel. That can cause the energy crisis in the world. We need alternative of energy sources including biofuels.

This study aims to produce Biofuel in this case Fatty Acid Methyl Ester (FAME) of coconut oil in batches reactor through a transesterification process methanol using Ultrasonic assistance with the heterogeneous catalysts, namely: $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ and $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. The reaction is conducted by using a variable mole ratio of coconut oil: methanol (1: 9) mol, a heavy concentration of catalyst for each catalyst $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ and $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ against coconut oil (0.5%; 1.0% , 1.5%, 2% and 2.5%), reaction time (30, 60, 90, 120 and 150 seconds) and the variation in the ultrasonic waves (20 and 40 KHz).

The biofuel-production process is done through the stage of preparation of the catalyst $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ and $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, transesterification reaction step, phase separation and purification from impurities and results analysis phase. Analysis of the results of biofuel include the analysis of density, viscosity, yield and Flash Point. Coconut oil transesterification process using ultrasonic waves to produce FAME is the catalyst concentration $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2.5% with a reaction time of 150 seconds and a frequency of 40 kHz ultrasonic waves produce FAME yield of 93.19%. For catalysts $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ obtained a yield of 29.76% at a frequency of 40 kHz ultrasonic waves, the catalyst concentration of 2.5% and a reaction time of 150 seconds. From the calculation shows that the reaction kinetics of the transesterification reaction of palm oil using ultrasonic waves is a reaction to the reaction order 1. Provided the value of k for catalyst $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ $(0.053\text{-}0.058)^{\text{-s}}$ and for catalysts $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ $(0.0012\text{-}0.0023)^{\text{-s}}$. And the activation energy for the catalyst $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 6,287 kJ / mol and catalyst $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 5.251 kJ / mol

Keywords: *transesterification, $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, coconut oil, Biofuel, FAME, Ultrasonic*

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

| | |
|---|-------------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PERSETUJUAN | iii |
| KATA PENGANTAR..... | v |
| ABSTRAK | vii |
| ABSTRACT | ix |
| DAFTAR ISI..... | xi |
| DAFTAR TABEL | xiii |
| DAFTAR GAMBAR..... | xv |
| BAB 1 PENDAHULUAN | |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 4 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 4 |
| 1.4 Manfaat Penelitian | 4 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1 Biofuel..... | 7 |
| 2.2 Fatty Acid Methyl Ester | 7 |
| 2.3 Minyak Tanaman | 13 |
| 2.4 Minyak Kelapa | 13 |
| 2.5 Proses Transesterifikasi..... | 16 |
| 2.6 Gelombang <i>Ultrasonic</i> | 17 |
| 2.6.1 Mekanisme Pemanasan oleh Gelombang Ultrasonic | 18 |
| 2.7 Katalis | 20 |
| 2.6.1 Katalis Homogen..... | 21 |
| 2.6.2 Katalis Heterogen..... | 22 |
| 2.6.3 Preparasi Katalis..... | 23 |
| 2.6.4 Fungsi Katalis dalam Proses Transesterifikasi..... | 25 |
| 2.6.5 Gamma Alumina (γ -Al ₂ O ₃)..... | 26 |
| 2.6.6 Kalium Hidroksida (KOH)..... | 27 |
| 2.6.7 Kalsium Oksida (CaO) | 27 |
| 2.8 Metanol | 28 |

BAB 5 KESIMPULAN

| | |
|----------------------|----|
| 5.1 Kesimpulan | 71 |
|----------------------|----|

DAFTAR PUSTAKA

APPENDIKS

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

| | | |
|-----------|--|-------|
| Tabel 2.1 | Pemanfaatan Biofuel | 7 |
| Tabel 2.2 | Standar FAME berdasarkan SNI 04-7182-2006 | 9 |
| Tabel 2.3 | Perbandingan sifat FAME dan Petrodiesel | 11 |
| Tabel 2.4 | Perbandingan emisi pembakaran antara FAME dengan solar..... | 12 |
| Tabel 2.5 | Perbandingan sifat fisik dan kimia antara FAME dan solar..... | 12 |
| Tabel 2.6 | Karakteristik beberapa minyak nabati | 14 |
| Tabel 2.7 | Komposisi asam lemak beberapa minyak nabati | 15 |
| Tabel 2.8 | Data standar minyak kelapa <i>Merck Barco</i> | 15 |
| Tabel 2.9 | Perbandingan data-data kinetika dari beberapa penelitian terdahulu | 33 |
| Tabel 3.1 | Jadwal kegiatan penelitian..... | 44 |
| Tabel 4.1 | Komposisi Asam Lemak Minyak Kelapa <i>Merk Barco</i> | 42 |
| Tabel 4.2 | Karakteristik katalis hasil analisa BET | 48 |
| Tabel 4.3 | Analisis ANOVA untuk katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ | 58 |
| Tabel 4.4 | Analisis ANOVA untuk katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ | 58 |
| Tabel 4.5 | Nilai k menggunakan katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ | 67 |
| Tabel 4.6 | Nilai k menggunakan katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ | 67 |
| Tabel 4.7 | Karakteristik Kualitas FAME menggunakan katalis K/ γ -Al ₂ O..... | 69 |
| Tabel 4.8 | Karakteristik Kualitas FAME menggunakan katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ | 69 |
| Tabel A.1 | Kondisi Operasi pada analisa gas kromatografi (GC) dengan <i>Front Detector</i> (FID) dan <i>Back Detector</i> (TCD) | xxvi |
| Tabel B.1 | Hasil analisa kandungan asam lemak dari Minyak Kelapa dengan metode GC | xxvii |
| Tabel C.1 | Peak List Hasil Analisa XRD katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ | xxxix |
| Tabel C.2 | Peak List Hasil Analisa XRD katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ | xl |

| | | |
|-----------|--|-------|
| Tabel D.1 | Pengaruh konsentrasi katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap viskositas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan | xli |
| Tabel D.2 | Pengaruh konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap viskositas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan | xlii |
| Tabel D.3 | Pengaruh konsentrasi katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap yield produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan | xlii |
| Tabel D.4 | Pengaruh konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap yield produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan | xlii |
| Tabel D.5 | Pengaruh konsentrasi katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap Densitas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan | xliii |
| Tabel D.6 | Pengaruh konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap Densitas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan | xliii |
| Tabel F.1 | Hasil perhitungan $-\ln(1-\eta)$ pada reaksi transesterifikasi dengan katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menggunakan gelombang ultrasonic | xlix |
| Tabel F.2 | Hasil perhitungan $-\ln(1-\eta)$ pada reaksi transesterifikasi dengan katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menggunakan gelombang ultrasonic | xlix |
| Tabel F.3 | Nilai k untuk katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan gelombang ultrasonic | l |
| Tabel F.4 | Nilai k untuk katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan gelombang ultrasonic..... | l |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|------------|---|----|
| Gambar 2.1 | Minyak Kelapa | 15 |
| Gambar 2.2 | Reaksi Transesterifikasi..... | 16 |
| Gambar 2.3 | Efek kavitasi gelombang <i>ultrasonic</i> | 19 |
| Gambar 2.4 | Langkah-Langkah dalam Reaksi Katalis Heterogen | 23 |
| Gambar 3.1 | Rangkaian Peralatan Transesterifikasi | 37 |
| Gambar 3.2 | Peralatan Kalsinasi | 38 |
| Gambar 3.3 | Diagram blok proses kalsinasi katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ | 41 |
| Gambar 3.4 | Diagram blok proses kalsinasi katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ | 42 |
| Gambar 3.5 | <i>Flowchart</i> Prosedur Pembuatan FAME dengan menggunakan katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ dan Ca/ γ -Al ₂ O ₃ | 43 |
| Gambar 4.1 | Kromatogram hasil uji GC Minyak Kelapa merk Barco | 46 |
| Gambar 4.2 | Hasil Analisa XRD (a) K/ γ -Al ₂ O ₃ dan (b) γ -Al ₂ O ₃ | 47 |
| Gambar 4.3 | Hasil Analisa XRD (a) Ca/ γ -Al ₂ O ₃ dan (b) γ -Al ₂ O ₃ | 48 |
| Gambar 4.4 | Pengaruh jumlah konsentrasi terhadap viskositas FAME pada K/ γ -Al ₂ O ₃ dan t = 120 detik | 49 |
| Gambar 4.5 | Pengaruh jumlah konsentrasi terhadap viskositas FAME pada Ca/ γ -Al ₂ O ₃ dan t = 150detik | 50 |
| Gambar 4.6 | Pengaruh variasi konsentrasi katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 40 kHz. | 51 |
| Gambar 4.7 | Pengaruh variasi konsentrasi katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 20 kHz. | 52 |
| Gambar 4.8 | Pengaruh variasi konsentrasi katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 20 kHz. | 53 |

| | | |
|-------------|---|--------|
| Gambar 4.9 | Pengaruh variasi konsentrasi katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 20 kHz. | 54 |
| Gambar 4.10 | Pengaruh pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ pada frekuensi 40 kHz. | 55 |
| Gambar 4.11 | Pengaruh pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ pada frekuensi 20 kHz | 56 |
| Gambar 4.12 | Pengaruh pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ pada frekuensi 20 kHz..... | 56 |
| Gambar 4.13 | Pengaruh pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ pada frekuensi 40 kHz..... | 57 |
| Gambar 4.14 | Hasil analisa GC metil ester dengan katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ 1,5% frekuensi 40 kHz pada waktu 150 detik..... | 60 |
| Gambar 4.15 | Batasan yang dapat diabaikan dan resistensi difusi pori yang kuat (Levenspiel, 1999)..... | 63 |
| Gambar 4.16 | <i>Effectiveness factor</i> versus M _T untuk porous pada berbagai bentuk (Levenspiel, 1999)..... | 64 |
| Gambar 4.17 | Plot t (detik) versus -ln(1- η) untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa menggunakan katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ dalam reactor batch dengan pemanasan gelombang ultrasonic | 66 |
| Gambar 4.18 | Plot t (detik) versus -ln(1- η) untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa menggunakan katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ dalam reactor batch dengan pemanasan gelombang ultrasonic | 66 |
| Gambar 4.19 | Hubungan antara konsenrasi katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ dengan Energi aktivasi | 68 |
| Gambar 4.20 | Hubungan antara konsenrasi katalis Ca/ γ -Al ₂ O ₃ dengan Energi aktivasi | 68 |
| Gambar C.1 | Hasil analisa GC Minyak Kelapa <i>merck</i> Barco | xxxv |
| Gambar C.2 | Hasil analisa GC produk biodiesel | xxxvii |
| Gambar C.3 | Kromatogram hasil analisa XRD katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ | xxxix |
| Gambar C.4 | Kromatogram hasil analisa XRD katalis K/ γ -Al ₂ O ₃ | xl |

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan bakar minyak merupakan sumber energi dengan konsumsi terbesar dibanding dengan energi lainnya diseluruh dunia. Kebutuhan bahan bakar ini selalu meningkat, seiring dengan penggunaannya dibidang industri maupun transportasi. Ketersediaan bahan bakar minyak bumi terbatas dan sifatnya tidak terbarukan, sehingga diprediksikan akan ada kelangkaan bahan bakar minyak. Kelangkaan inilah yang menimbulkan adanya krisis energi di dunia, sehingga membutuhkan sumber energi alternatif terbarukan diantaranya biofuel.

Di Indonesia pengembangan biofuel sudah dimulai sejak lebih dari 10 tahun yang lalu. Akan tetapi, pada masa itu produk turunan minyak bumi masih tergolong murah sehingga pengembangan biofuel belum terlihat menarik. Pada kebijakan energi nasional tahun 2006, pemerintah Indonesia menargetkan lebih dari 5% total konsumsi energi dengan menggunakan biofuel pada tahun 2025. Hal ini direncanakan dengan pengembangan luas perkebunan tanaman sebagai bahan biofuel. Selain itu, dilakukan pengembangan pasar biofuel sebagai salah satu cara pengentasan kemiskinan dan pengangguran dari 2006-2025. Produksi biofuel ditargetkan mencapai 1,5 juta kl (10% dari konsumsi bahan bakar untuk sektor transportasi) pada tahun 2013, 3 juta kl pada tahun 2015 dan meningkat sampai 6,4 juta kl (20% dari konsumsi bahan bakar untuk sektor transportasi dan 5% dari konsumsi nasional bahan bakar) pada tahun 2025 (Wirawan, 2010).

Penelitian dan pengembangan biofuel dirintis secara ekstensif yang bertujuan untuk mendapatkan bahan bakar yang dapat diperbaharui. Riset semakin berkembang dengan tidak terbatas pada minyak kelapa sawit tetapi juga tanaman yang lain seperti jarak pagar, biji nyamplung, minyak kedelai, biji bunga matahari, minyak jelantah kelapa dan nipah (Mahamuni dkk, 2009; Vujivic dkk, 2010; Hajek dkk, 2012; Passupulety dkk, 2013). Indonesia memiliki keragaman jenis tumbuhan penghasil minyak atau lemak yang berpotensi sebagai bahan baku bahan bakar nabati (Tim Nasional BBN, 2007).

Saat ini ketersediaan biofuel masih relatif kecil dan yang tersedia adalah biofuel yang diperoleh dari pengolahan turunan minyak sawit. Hal ini dikhawatirkan dapat mengganggu pasokan minyak sawit mentah untuk industri minyak goreng domestik dan ekspor CPO (*Crude Palm Oil*). Oleh karena itu, perlu dicari bahan baku biofuel alternatif yang murah dan pemakaiannya tidak bersaing dengan kebutuhan pokok manusia (Supardan, 2011). Bahan baku lain yang berpotensi besar adalah kelapa. Indonesia memiliki lahan perkebunan kelapa terbesar di dunia dengan luas 3,86 hektar atau 32,2% dari total lahan perkebunan kelapa dunia. Persebaran perkebunan kelapa hampir merata di seluruh Indonesia yaitu di Sumatera 34,5%, Jawa 23,2%, Sulawesi 19,6%, Bali, NTB dan NTT 8,0%, Maluku dan Papua 7,5%, dan Kalimantan 7,2% (Deptan, 2005).

Dalam memproduksi biofuel, salah satu aspek yang memegang peranan penting adalah penggunaan katalis pada reaksi transesterifikasi trigliserida. Pada umumnya biofuel komersial diproduksi menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH. Akan tetapi, penggunaan katalis homogen ini mengalami kesulitan pada saat pemisahan produk, sensitif terhadap asam lemak bebas dan air yang terkandung dalam minyak serta dapat mudah membentuk sabun. Sisa katalis basa homogen dapat mengganggu pengolahan lanjut biofuel dibandingkan dengan katalis fasa heterogen. Kelebihan dari katalis heterogen adalah ramah lingkungan, mudah dipisahkan antara katalis dengan produk reaksi, tahan terhadap suhu tinggi dan memiliki luas permukaan besar, sehingga penggunaan katalis heterogen merupakan salah satu solusi untuk mengatasi masalah tersebut (Demirbas, 2002; Athadasi dkk, 2013; Devitria dkk, 2013).

Proses transesterifikasi pada penelitian ini menggunakan metode *batch*. Hal ini dikarenakan dalam metode *batch* lebih mudah dalam pengontrolan reaksi dan tidak membutuhkan banyak penggunaan peralatan apabila dibandingkan dengan metode kontinyu. Pemanasan menggunakan gelombang *ultrasonic* mempunyai karakteristik yang berbeda dengan pemanasan secara konvensional (Mootabadi dkk, 2010; Vyas dkk, 2010; Chen dkk, 2014; Pukale dkk, 2014). Dengan menggunakan gelombang *ultrasonic* air dapat diubah menjadi media sekaligus pereaksi yang sangat ekstrem karena adanya energi lokal yang sangat besar. Mula-mula gelombang merambat melalui media air dan menyebabkan

terjadinya nukleasi (pertumbuhan gelembung) seperti halnya celah yang terisi gas-gas yang terjebak dalam suatu partikulat. Rongga-rongga kecil ini mengalami pertumbuhan dari waktu ke waktu sehingga terjadi perubahan pada ukuran rongga yang semakin membesar sampai kemudian terjadi ledakan yang diistilahkan sebagai “keruntuhan gelembung” atau *collapsing bubble*. Proses ini dikenal sebagai kavitasi, selama proses kavitasi berlangsung dihasilkan energi yang cukup besar. Sehingga, penggunaan gelombang *ultrasonic* lebih baik dibandingkan dengan menggunakan pengadukan karena adanya efek kavitasi ini (Mahamuni dan Adewuyi, 2009; Deshmene dkk, 2009; Santos dkk, 2009). Kecepatan reaksi meningkat karena efek kavitasi, termal (suhu dan tekanan sistem lokal yang tinggi) dan mekanik yang dihasilkan oleh gelombang *ultrasonic* yang memberikan energi yang sangat besar.

Pada penelitian sebelumnya transesterifikasi minyak kelapa menggunakan *ultrasonic* dengan katalis KOH dan $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menghasilkan biodiesel dengan hasil yield tertinggi masing-masing katalis adalah KOH 1 %, Frekuensi 40 kHz dan $t=5$ menit sebesar 99,95 %, dan $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 4 %, Frekuensi 40 kHz dan $t=4$ menit sebesar 95,55 %. Hasil penelitian menunjukkan semakin besar frekuensi gelombang, semakin tinggi *yield* yang dihasilkan (Firmansyah, 2014). Pada penelitian ini variabel yang digunakan adalah dua jenis katalis, satu variabel perbandingan mol minyak kelapa terhadap metanol, lima variabel konsentrasi berat katalis terhadap minyak kelapa, lima variabel waktu reaksi dan dua variabel gelombang *ultrasonic*. Hasil produk yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan standar kualitas FAME sesuai Standar Nasional Indonesia (SNI 04-7182-2012). Uji kualitas biodiesel tersebut meliputi: densitas, viskositas dan *yield* dari FAME. Diharapkan penelitian ini akan memberikan kontribusi yang cukup berarti bagi ilmu pengetahuan khususnya dibidang energi terbarukan, dalam hal penemuan sumber energi alternatif yang dapat lebih dikembangkan lagi sehingga dapat diperoleh kualitas biofuel yang lebih bagus dengan proses yang lebih mudah.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan pada latar belakang diatas, maka rumusan masalah dari penulisan ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh katalis pada proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*?
2. Bagaimana pengaruh waktu pada proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*?
3. Bagaimana pengaruh frekuensi gelombang *ultrasonic* pada proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*?
4. Bagaimana perhitungan kinetika reaksi transesterifikasi pada minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini meliputi:

1. Mempelajari pengaruh katalis pada proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*.
2. Mempelajari pengaruh waktu pada proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*.
3. Mempelajari pengaruh frekuensi gelombang *ultrasonic* pada proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*.
4. Mempelajari perhitungan kinetika reaksi transesterifikasi pada minyak kelapa dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini meliputi:

1. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai salah satu alternatif proses pembuatan biofuel yang lebih mudah, cepat dan ekonomis.
2. Sebagai informasi dan bahan pertimbangan kepada masyarakat luas serta pihak-pihak yang terkait mengenai pemanfaatan minyak nabati dan

mengurangi eksploitasi terhadap minyak bumi yang dapat menimbulkan dampak buruk terhadap lingkungan.

3. Sebagai bahan referensi dan informasi pada penulis lainnya yang tertarik untuk mengkaji dan meneliti lebih dalam untuk proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biofuel

Biofuel adalah bahan bakar dari sumber hayati (*renewable energi*). Biofuel merupakan energi yang terbuat dari materi hidup, biasanya tanaman. Bioetanol, biodiesel, dan biogas adalah jenis biofuel. Biofuel dianggap sebagai energi terbarukan yang dapat mengurangi peran dari bahan bakar fosil yang cadangannya sudah semakin menipis. Pemanfaatan Biofuel di Indonesia berdasarkan Bauran Energi Primer tahun 2025 sesuai Peraturan Presiden No. 5 Tahun 2006 tentang Kebijakan Energi Nasional dapat dilihat di tabel 2.1 berikut:

Tabel 2.1 Pemanfaatan Biofuel

| Jenis | Penggunaan |
|-------------|-------------------------------------|
| Biogas | Bahan bakar LPG, sumber hydrogen |
| Biogasoline | Pengganti bensin |
| Biokerosin | Pengganti minyak tanah |
| Bioavtur | Bahan bakar pesawat terbang |
| Biodiesel | Bahan bakar diesel, pengganti solar |

2.2 *Fatty Acids Methyl Esters*

Fatty Acids Methyl Esters (FAME) merupakan monoalkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. FAME dapat diperoleh melalui reaksi transesterifikasi trigliserida dan atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku (Maharani, 2010).

Transesterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol yang menghasilkan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters*/FAME) dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping. Katalis yang

digunakan pada proses transesterifikasi adalah basa/alkali (Patomsok, 2012). Jenis katalis yang biasa digunakan antara lain seperti Natrium Hidroksida (NaOH) atau Kalium Hidroksida (KOH). Dalam suhu ruang, biofuel baik jenis *Methyl Ester* atau *Ethyl Ester* adalah senyawa yang relatif stabil yang berfase cair. Senyawa ini tidak korosif dan memiliki titik didih rendah. Secara ekonomi, biofuel jenis *Methyl Ester* lebih disukai daripada *Ethyl Ester* (Arumugam dkk, 2009).

Karena sebagian besar tanaman memiliki kandungan minyak dan *Free Fatty Acid* (FFA) yang berbeda-beda maka minyak nabati sebagai bahan baku pembuatan FAME dikelompokkan menjadi tiga jenis berdasarkan kandungan FFAny, yaitu:

1. *Refined oils* : Minyak nabati dengan kandungan FFA kurang dari 1,5%.
2. Minyak nabati dengan kandungan FFA rendah kurang dari 4%.
3. Minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi lebih dari 20%.

(Joelianingsih, 2003)

Jika bahan baku FAME memiliki kandungan FFA, tahap pembuatan FAME melalui reaksi transesterifikasi, pemisahan gliserol dari metil ester, pemurnian metil ester, pengambilan gliserol sebagai produk samping dan pemurnian metanol tak bereaksi secara destilasi/*rectification*. Proses esterifikasi dengan katalis asam diperlukan jika minyak nabati mengandung FFA diatas 5%. Sedangkan jika bahan baku minyak kelapa berkadar FFA tinggi (>5%) maka diperlukan proses pendahuluan yaitu proses esterifikasi. Apabila langsung ditransesterifikasi dengan katalis basa maka FFA akan bereaksi dengan katalis membentuk sabun (Maharani, 2012). Terbentuknya sabun dalam jumlah yang cukup besar dapat menghambat pemisahan gliserol dari metil ester dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian. Sehingga, proses esterifikasi digunakan sebagai proses pendahuluan untuk mengkonversikan FFA menjadi metil ester untuk mengurangi kadar FFA dalam minyak nabati dan selanjutnya ditransesterifikasi dengan katalis basa untuk mengkonversikan trigliserida menjadi metil ester.

Proses pembuatan FAME dapat dilakukan dengan berbagai macam cara, antara lain:

- a. Proses transesterifikasi merupakan suatu proses menggunakan alkohol seperti metanol dan dengan adanya katalis dapat memutuskan molekul-molekul minyak nabati menjadi metil atau etil ester dan menghasilkan gliserol sebagai produk samping.
- b. Proses mikroemulsifikasi merupakan suatu proses yang tepat untuk mengurangi viskositas minyak nabati, sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Mikroemulsifikasi didefinisikan sebagai dispersi koloid yang secara termodinamika stabil dengan diameter partikel fasa yang terdispersi kurang dari 1-4 kali panjang gelombang cahaya yang tampak.
- c. *Thermal Cracking* (pirolisis) merupakan suatu proses pengubahan suatu zat menjadi zat lain dengan menggunakan panas, atau dengan kata lain proses pemanasan tanpa udara atau oksigen pada temperatur 450-850°C. pada keadaan tertentu proses pirolisis ini memerlukan katalis untuk menghasilkan pemutusan ikatan kimia menjadi ikatan molekul yang lebih kecil.

Kualitas FAME sebagai produk bahan bakar mesin diesel ditentukan oleh beberapa parameter. Rumusan standar FAME Indonesia dapat dilihat pada tabel 2.2 dibawah ini:

Tabel 2.2 Standar FAME berdasarkan SNI 04-7182-2012

| Parameter | SNI 04-7182-2012 |
|--|------------------|
| Massa jenis pada 40°C (g/cm ³) | 0,85 – 0,89 |
| Viskositas kinematik pada 40°C, (cSt) | 2,3 – 6,0 |
| Angka Setana | Min. 51 |
| Titik Nyala (°C) | Min. 100 |
| Titik Kabut (°C) | Min. 18 |
| Kadar Air (%volume) | Max. 0,05 |
| Bilangan Iodin (g-I ₂ /100g) | Max. 115 |

Sumber: Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, 2015

Beberapa parameter yang harus dimiliki FAME antara lain (Prihandana dkk, 2006; Demirbas dkk, 2008):

1. *Flash point* (titik nyala)

Flash point untuk FAME umumnya tinggi (>150°C), batasannya antara 100-170°C. hal ini bertujuan untuk menghilangkan kelebihan alkohol yang

ditambahkan selama proses karena dapat menyebabkan kerusakan pada pompa bahan bakar dan dapat menghasilkan daya pembakaran rendah. Titik nyala yang tinggi akan memudahkan proses penanganan, penyimpanan dan pengangkutan karena lebih tidak mudah terbakar pada temperatur ruang.

2. Viskositas Kinematik

Viskositas kinematik adalah tahanan yang dimiliki fluida yang dialirkan didalam pipa kapiler terhadap gaya gravitasi. Jika viskositas semakin tinggi, maka tahanan untuk mengalir semakin tinggi. Viskositas juga menunjukkan sifat pelumasan atau lubrikasi dari bahan bakar. Viskositas yang relatif tinggi mempunyai sifat pelumasan yang lebih baik.

3. Bilangan setana

Bilangan setana menunjukkan cepat tidaknya suatu bahan bakar terbakar dalam mesin. Angka setana yang tinggi, menunjukkan bahwa FAME dapat menyala pada temperatur yang relatif rendah sehingga akan mudah terbakar didalam silinder pembakaran mesin dan tidak terakumulasi.

4. Massa jenis (densitas)

Massa jenis (densitas) menunjukkan perbandingan berat per satuan volume. Apabila FAME mempunyai massa jenis melebihi ketentuan, maka reaksi tidak sempurna pada konversi minyak nabati. FAME dengan mutu seperti ini tidak dapat digunakan karena akan meningkatkan keausan mesin, emisi dan kerusakan pada mesin.

5. Kandungan air

Kandungan air dalam bahan bakar dapat menyebabkan turunnya panas pada pembakaran, berbusa dan bersifat korosif jika bereaksi dengan sulfur. Makin kecil kadar air dalam minyak maka mutunya semakin baik, karena dapat memperkecil kemungkinan terjadinya reaksi hidrolisis.

6. Bilangan asam

Bilangan asam diukur untuk melihat tingkat keasaman suatu bahan bakar diesel. Jika bilangan asam ini tinggi, maka akan menyebabkan pengurangan waktu pemakaian pompa bahan bakar dan juga dapat mengurangi waktu pemakaian saringan pada mesin.

7. Angka iod

Angka iod yang dihasilkan harus sangat kecil, hal ini dapat menunjukkan bahwa sebagian besar FAME disusun oleh asam lemak dengan rantai hidrokarbon jenuh.

8. Residu karbon

Residu karbon terbentuk sebagai akibat pembakaran bahan bakar didalam mesin diesel, dimana saat bahan bakar dialirkan akan terjadi kompresi dan terjadi pembakaran spontan, sehingga bahan bakar tidak memiliki kesempatan untuk bercampur sebelum proses pembakaran.

Tabel 2.3 Perbandingan sifat FAME dan Petrodiesel

| Aspek | FAME | Petrodiesel |
|---------------------------|---|---|
| Sifat Pembakaran | Lebih Bersih | Menimbulkan polusi dan masalah kesehatan |
| Emisi CO ₂ | 78% lebih rendah dibandingkan petrodiesel | Emisinya sangat besar sehingga berkontribusi terhadap pemanasan global |
| Sifat pelumasan | Memiliki sifat pelumasan sehingga turut membersihkan bagian dalam mesin | Tidak memiliki sifat pelumasan |
| Angka setana | Angka setana lebih tinggi sehingga lebih mudah di- <i>starter</i> | Angka setana lebih rendah dibandingkan biodiesel |
| Emisi padat dan gas buang | Menghasilkan lebih sedikit jelaga, CO, hidrokarbon tidak terbakar dan SO ₂ | Mengemisikan kandungan sulfur yang tinggi dalam gas buang |
| Efek terhadap lingkungan | Tidak beracun, dapat diuraikan dan mengurangi efek tumpahan minyak bumi yang mencemari perairan | Sifat biodegradabilitasnya lebih rendah dibandingkan biodiesel, pemicu efek gas rumah kaca. |

Sumber :Budiman, 2014

Bahan bakar mesin diesel yang ideal adalah bahan bakar yang merupakan rantai hidrokarbon jenuh seluruhnya. Dengan demikian, FAME tersebut tidak bersifat korosif dan tidak membahayakan injektor mesin diesel (Diaz dan Galindo, 2007). Perbandingan emisi pembakaran antara FAME dengan solar dapat dilihat pada tabel 2.4.

Tabel 2.4 Perbandingan emisi pembakaran antara FAME dengan solar

| Senyawa Emisi | FAME | Solar |
|---------------------------------|------|-------|
| SO ₂ , ppm | 0 | 78 |
| NO, ppm | 37 | 64 |
| NO ₂ , ppm | 1 | 1 |
| CO, ppm | 10 | 40 |
| Partikulat, mg/Nm ³ | 0,25 | 5,6 |
| Benzen, mg/Nm ³ | 0,3 | 5,01 |
| Toluen, mg/Nm ³ | 0,57 | 2,31 |
| Xilen, mg/Nm ³ | 0,73 | 1,57 |
| Etil Benzen, mg/Nm ³ | 0,3 | 0,73 |

(Sumber : Internasional Biodiesel, 2001)

Agar dapat menggantikan solar, biofuel jenis FAME harus memiliki kemiripan sifat dengan solar. Berikut perbandingan sifat fisik dan sifat kimia FAME dengan minyak solar berdasarkan SK Direktur Jenderal Minyak dan Gas Bumi Nomor 978.K/10/DJM.S/2013 dapat dilihat pada Tabel 2.5 dibawah ini:

Tabel 2.5 Perbandingan sifat fisik dan kimia antara FAME dan solar

| Sifat-Sifat Bahan Bakar | Diesel | FAME |
|---|----------------|----------------|
| Standar Analisa Bahan Bakar | ASTM D 975 | ASTM PS 121 |
| Komposisi Bahan Bakar | C10-C21 HC | C12-C22 FAME |
| <i>Lower Heating Value</i> , Btu/gal | 131,295 | 117,093 |
| <i>Viskositas Kinematik</i> , pada 40°C | 1,3 – 4,1 | 1,9 – 6 |
| <i>Spesific gravity</i> , kg/L pada 60°F | 0,85 | 0,88 |
| Densitas, lb/gal pada 15°C | 7,079 | 7,328 |
| Kandungan air, ppm | 161 | 0,05% maksimum |
| Kandungan karbon, % berat | 87 | 77 |
| Kandungan hidrogen, % berat | 13 | 12 |
| Kandungan oksigen, % berat | 0 | 11 |
| Kandungan sulfur, % berat | 0,05 maksimum | 0,0 – 0,0024 |
| Titik didih, °C | 188 – 343 | 182 – 338 |
| <i>Flash point</i> , °C | 60 – 80 | 100 – 170 |
| <i>Cloud point</i> , °C | 15 sampai 5 | 3 sampai 12 |
| <i>Pour point</i> , °C | -35 sampai -15 | -15 sampai 10 |
| Bilangan setana | 40 – 55 | 48 – 65 |
| Perbandingan stoikiometri udara terhadap bahan bakar, berat | 15 | 13,8 |

Sumber: Dirjen Migas

2.3 Minyak Tanaman

Minyak tanaman adalah trigliserida dengan struktur kimia seperti pada gambar 2.1. R_1 , R_2 dan R_3 mewakili rantai hidrokarbon dari asam lemak. R_1 , R_2 dan R_3 bisa sama atau berbeda tergantung dari jenis minyak, namun demikian bisa dibedakan dari panjang rantai dan jumlah rantai ganda yang menyusunnya.

Komponen asam lemak utama yang umumnya menyusun minyak tanaman adalah asam palmitat, asam oleat dan asam linoleat. Sementara komponen asam lemak lain umumnya dalam jumlah yang relatif kecil. Secara alami asam lemak tidak jenuh lebih dominan dalam struktur minyak alam dibandingkan dengan asam lemak jenuh. Minyak tanaman umumnya bereksistensi sebagai fase cair pada suhu kamar, karena minyak tanaman kebanyakan dalam bentuk trigliserida dengan rangkaian asam lemak sebagian besar tersusun dengan ikatan tidak jenuh. Trigliserida minyak nabati mengandung kira-kira 20% asam lemak jenuh dan 80% lemak tidak jenuh.

Untuk kebutuhan bahan bakar, minyak tanaman tidak membutuhkan pemurnian (*refination*) yang kompleks seperti minyak untuk kebutuhan pangan. Minyak tanaman untuk kebutuhan pangan memerlukan serangkaian proses pemurnian yang kompleks meliputi proses pemisahan gum (*degumming*), netralisasi, pemucatan dan deodorasi atau penghilangan bau (Heiman, 1976). Hasil uji coba pada motor bakar menunjukkan bahwa baik dengan pemurnian atau tanpa pemurnian tidak menunjukkan perbedaan unjuk kerja motor yang signifikan. Oleh karena itu proses produksi minyak tanaman menjadi bahan bakar lebih sederhana dan tidak diperlukan input energi yang tinggi.

2.4 Minyak Kelapa

Minyak kelapa sudah dikenal di Indonesia sejak lama. Penggunaan minyak kelapa dalam kehidupan sehari-hari sangat luas, seperti untuk minyak goreng/bahan makanan, obat-obatan, bahan pembuat sabun dan lain sebagainya. Ada beberapa cara yang dikenal untuk membuat minyak kelapa yakni cara *pressing*, *rendering*, ekstraksi dengan bahan pelarut atau gabungan dari cara tersebut (Hasbullah, 2011). Minyak kelapa merupakan minyak nabati yang diperoleh dari kopra (daging buah kelapa yang dikeringkan) dan kandungan

minyak didalamnya mencapai 63-65%. Minyak kelapa sebagaimana minyak nabati lainnya merupakan senyawa trigliserida yang terdiri dari berbagai asam lemak. Sekitar 90% asam lemak jenuh. Selain itu dalam minyak kelapa yang belum dimurnikan juga terdapat kandungan sejumlah kecil komponen bukan lemak seperti fosfatida, gum, sterol (0,06-0,08%), tokoferol (0,003%), dan asam lemak bebas (<5%) dan sedikit protein serta karotene. Sterol berfungsi sebagai *stabilizer* dalam minyak dan tokoferol sebagai antioksidan (Ketaren, 1986). Setiap minyak nabati memiliki sifat yang sangat ditentukan oleh struktur asam lemak pada rangkaian trigliserida.

Minyak nabati disebut juga *tryglyceryde*, *glycerol ester*, atau asam lemak. Minyak nabati berwarna kuning, tidak berbau, tidak mempunyai rasa dan tidak dapat bercampur dengan air. Minyak kelapa berpotensi besar untuk digunakan sebagai bahan bakar biofuel. Kandungan *Free Fatty Acid* (FFA) didalam minyak nabati pada sebagian besar tanaman berbeda-beda, sehingga minyak nabati sebagai bahan baku pembuatan biofuel dapat dibedakan menjadi tiga jenis yaitu: minyak nabati dengan kandungan FFA rendah (<1,5%), minyak nabati dengan kandungan FFA sedang (<4%) dan minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi (>20%) (Joelianningsih, 2003). Karakteristik beberapa minyak nabati dan komposisi asam lemak dapat dilihat pada tabel 2.6 dan 2.7.

Tabel 2.6 Karakteristik beberapa minyak nabati

| Asam lemak | Kelapa | Sawit | Kanola | Bunga Matahari | Kacang Tanah | Kedelai |
|---------------------|--------|-------|--------|----------------|--------------|---------|
| Suhu memadat (°C) | 20-25 | 30-35 | -10 | -17 | 3 | -16 |
| Bilangan Iod | 10 | 54 | 98 | 125 | 93 | 130 |
| Bilangan penyabunan | 268 | 199 | 175 | 189 | 192 | 191 |

Setiap minyak nabati memiliki sifat dan ciri tersendiri yang sangat ditentukan oleh struktur asam lemak pada rangkaian trigliserida. Minyak kelapa kaya akan asam lemak berantai sedang (C8-C14), khususnya asam laurat dan meristat. Berdasarkan kajian diatas disimpulkan bahwa minyak kelapa memiliki karakteristik yang paling baik sebagai bahan bakar bila dibandingkan dengan minyak nabati lainnya.

Tabel 2.7 Komposisi asam lemak beberapa minyak nabati

| Asam lemak | Kelapa | Sawit | Kanola | Bunga Matahari | Kedelai |
|-------------------|----------|---------|--------|----------------|---------|
| Kaproat (C6:0) | 0-0,8 | | | | |
| Caprilat (C8:0) | 5,5-9,5 | | | | |
| Caprat (C10:0) | 4,5-9,5 | | | | |
| Laurat (C12:0) | 44-51 | | | | |
| Meristat (C14:0) | 13-18,5 | 0,9-2,4 | | | |
| Palmitat (C16:0) | 7,5-10,5 | 32-46,2 | 4-5 | 3,5-6,5 | 2,3-11 |
| Stearat (C18:0) | 1-3 | 4-6,3 | 1-2 | 1,3-5,6 | 2,4-6 |
| Oleat (C18:1) | 5-8,2 | 37-53 | 55-63 | 14-43 | 22-30,8 |
| Linoleat (C18:2) | 1-2,6 | 6-12 | 20-31 | 44-68,7 | 49-53 |
| Linolenat (C18:3) | - | - | 9-10 | | 2-10,5 |

Sumber :Lee dan Shah (2013)



Gambar 2.1 Minyak Kelapa

Data standar minyak kelapa merk Barco dapat dilihat pada tabel 2.8 sebagai berikut:

Tabel 2.8 Data standar minyak kelapa Merk Barco

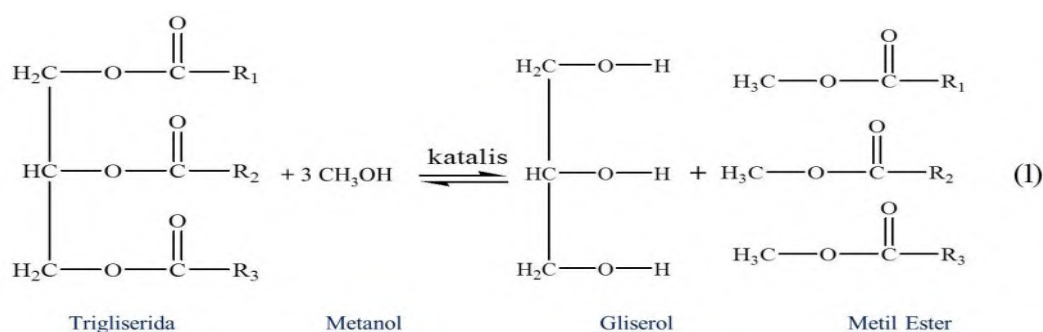
| Parameter | Kadar |
|---------------------|---------|
| Moisture (%) | Max 0,1 |
| Free Fatty Acid (%) | 0,142 |
| Densitas | 0,9130 |
| Viskositas (Cst) | 32,5 |

Sumber: Hasil Pengujian

2.5 Proses Transesterifikasi

Proses transesterifikasi adalah proses reaksi trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau

etanol menghasilkan FAME dan gliserol sebagai produk samping. Transesterifikasi merupakan suatu proses menggunakan alkohol dengan bantuan katalis untuk memutuskan molekul-molekul minyak nabati menjadi metil atau etil ester dan menghasilkan gliserol sebagai produk sampingnya. Secara kimia, transesterifikasi bermakna pengubahan molekul-molekul trigliserida atau asam lemak kompleks, menetralkan asam lemak bebas, menghilangkan gliserin dan membentuk alkohol ester. Reaksi transesterifikasi yang terjadi dapat dilihat pada gambar 2.3 sebagai berikut:



Gambar 2.2 Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan alkohol menjadi ester dan gliserol tidak berlangsung sekaligus melainkan melalui langkah-langkah perubahan dari trigliserida menjadi digliserida, digliserida menjadi monogliserida dan monogliserida menjadi alkil ester. Proses transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu: suhu, kecepatan pengadukan, jenis katalis, konsentrasi katalis dan perbandingan mol alkohol terhadap minyak/asam lemak. Proses transesterifikasi akan berlangsung lebih cepat bila suhu dinaikkan mendekati titik didih alkohol yang digunakan. Semakin tinggi kecepatan pengadukan akan menaikkan pergerakan molekul dan menyebabkan terjadinya tumbukan. Pemakaian alkohol berlebih akan mendorong reaksi ke arah pembentukan etil ester. Semakin tinggi kandungan FFA semakin sedikit ester yang dapat terbentuk dan semakin tidak efektif proses transesterifikasi.

Proses transesterifikasi bila ditinjau dari penggunaan katalis, dapat dibedakan atas tiga macam proses, yaitu:

- a. Proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis asam. Proses ini menggunakan katalis asam kuat. Katalis ini menghasilkan produk alkil ester yang tinggi, tetapi reaksinya lambat, memerlukan temperatur operasi yang tinggi yaitu diatas 100°C dan dapat mencapai waktu operasi selama 3 jam.
- b. Proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis basa. Proses transesterifikasi ini berjalan lebih cepat bila dibandingkan dengan menggunakan katalis asam dan tidak memerlukan temperatur operasi yang tinggi karena dapat dioperasikan pada temperatur kurang dari 100°C .
- c. Proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis enzim. Proses menggunakan katalis enzim ini belum dikembangkan secara komersil, tetapi banyak dilakukan dalam penelitian. Aspek umum yang ditinjau dari reaksi ini adalah: pelarut, temperatur, pH, jenis mikroorganisme yang mampu menghasilkan enzim, dan lain sebagainya.

Pada proses transesterifikasi baik dalam suasana asam maupun basa harus menghindari adanya air karena akan menghidrolisa ester. Transesterifikasi minyak pada suasana basa berlangsung dengan laju reaksi yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan reaksi pada suasana asam.

2.6 Gelombang *Ultrasonic*

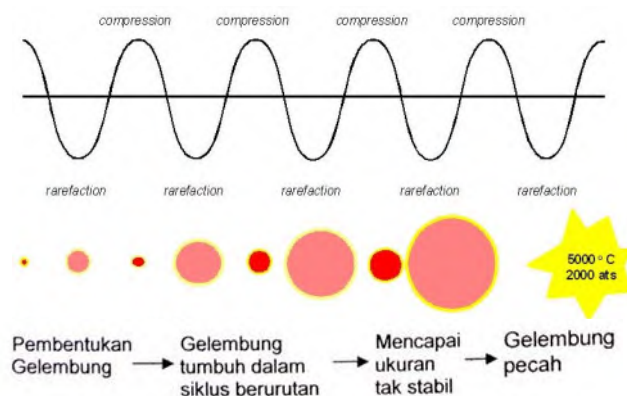
Berdasarkan frekuensinya, gelombang dibedakan atas tiga macam, yaitu gelombang infrasonik, gelombang sonik (suara) dan gelombang *ultrasonic*. Gelombang infrasonik adalah gelombang akustik yang frekuensinya sangat rendah sehingga tidak dapat didengar oleh telinga manusia. Gelombang sonik adalah gelombang akustik yang dapat didengar manusia dan sering dikenal sebagai bunyi, karena frekuensinya berada pada batas pendengaran manusia yaitu 20 Hz sampai dengan 20 kHz. Ada beberapa literatur yang menyatakan batas pendengaran manusia adalah sampai dengan frekuensi 16 kHz dan ada pula yang menulis sampai dengan 18 kHz. Kemungkinan hal tersebut adalah berkaitan dengan kemampuan personal yang berbeda satu dengan yang lain. Komunikasi pada manusia menggunakan frekuensi akustik pada kisaran tersebut (Mason, 1999).

Gelombang *ultrasonic* adalah gelombang akustik dengan frekuensi lebih besar dari 16 – 20 kHz. Oleh karena frekuensinya diluar ambang batas kemampuan pendengaran manusia, maka seperti halnya gelombang infrasonik, gelombang *ultrasonic* juga tidak mampu dideteksi oleh indra pendengaran manusia. Batas atas frekuensi dari gelombang *ultrasonic* masih belum ditentukan dengan jelas. Yang dapat diketahui adalah frekuensi yang biasa dipakai dalam berbagai macam penggunaan. Didalam penggunaan yang memerlukan intensitas tinggi (*macrosonic*) biasanya digunakan frekuensi dari puluhan hingga ratusan kilohertz. Aplikasi dibidang kedokteran misalnya *ultrasonography* biasanya menggunakan gelombang *ultrasonic* dengan frekuensi antara 1 megahertz sampai dengan 10 megahertz. Gelombang *ultrasonic* dengan frekuensi sangat tinggi disebut sebagai *microwave ultrasonics*.

2.6.1 Mekanisme Pemanasan oleh Gelombang *Ultrasonic*

Gelombang *ultrasonic* membutuhkan media untuk perambatannya karena gelombang *ultrasonic* merupakan gelombang mekanik. Didalam perambatannya partikel didalam media bergetar bolak-balik pada arah rambatan atau tegak lurus terhadap arah rambatan gelombang. Partikel tidak ikut melintas bersama gelombang tetapi hanya merupakan gangguan posisi atau gerakan partikel. Gelombang *ultrasonic* bisa menimbulkan efek kavitasi, dimana kavitasi adalah suatu efek akibat radiasi gelombang *ultrasonic* didalam cairan. Bila suatu cairan diradiasi dengan gelombang maka tekanan didalam cairan akan bertambah pada saat terjadi amplitudo negatif (Trisnobudi, 2001). Bilamana amplitudo tekanan yang dipacu gelombang akustik relatif besar (lebih besar dari 0,5 Mpa), ketidakhomogenan lokal didalam cairan terjadi. Pada saat cairan mengembang, sebagian cairan berubah menjadi uap dan akan tertekan kembali pada saat *ultrasonic* menyalurkan amplitudi positif. Perubahan tekanan positif dan negatif yang sangat besar dan dalam frekuensi tinggi akan mengawali timbulnya gelembung mikro (*micro bubble*). Gelembung mikro tersebut mengembang dan mengempis dengan laju perubahan diameter pengempisan sehingga gelembung mikro terus membesar hingga akhirnya pecah. Gelembung tersebut tidak stabil dan serangkaian keruntuhan ini dapat terjadi pada konsentrasi energi yang besar.

Kekacauan kavitasi tersebut dinamakan kavitasi tidak kekal (*transient cavitation*). Sisa gas bisa menimbulkan re-inisiasi dari proses terbentuknya gelembung baru.



Gambar 2.3 Efek kavitasi gelombang *ultrasonic*

Gelembung yang terbentuk akan pecah pada saat tekanan diluar gelembung dan amplitudo cukup besar. Pecahnya gelembung akan menimbulkan terjadinya gelombang kejut. Tidak semua gelombang yang dihasilkan gelombang *ultrasonic* bisa pecah. Agar gelembung bisa pecah diameter gelembung tidak boleh terlalu besar dan tidak boleh terlalu kecil. Batas bawah daerah kavitasi disebut jari-jari kritis dan batas atas daerah kavitasi disebut batas resonansi (Trisnobudi, 2001).

Gelombang *ultrasonic* yang diaplikasikan pada suatu cairan akan membentuk gelembung yang dikenal sebagai proses kavitasi. Proses kavitasi ini menghasilkan tekanan dan suhu sesaat yang sangat tinggi dan terjadinya aliran fluida yang bisa berfungsi sebagai proses pengadukan. Penggunaan gelombang *ultrasonic* untuk transesterifikasi juga bisa memperpendek waktu proses dan input energi yang lebih kecil (Susilo, 2007). Dengan timbulnya bintang panas (*hot spot*) dan tekanan sesaat yang tinggi, kedepan aplikasi gelombang *ultrasonic* memungkinkan untuk diterapkan pada proses transesterifikasi non katalis.

2.7 Katalis

Istilah katalis pertama kali diperkenalkan Berzelius pada tahun 1836 yaitu suatu material yang mempercepat reaksi kimia. Augustine (1996) menjelaskan istilah katalis bukan sebagai pereaksi ataupun produk melainkan katalis ikut berperan dalam reaksi. Katalis bereaksi membentuk zat antara

(*intermediet*) dan diperoleh kembali ketika proses reaksi selesai. Menurut Mittlebatch (2004) tanpa adanya katalis, konversi yang dihasilkan kurang maksimum dan reaksi berjalan lambat. Katalis dapat mempengaruhi laju reaksi, energi aktivasi dan sifat dasar keadaan transisi. Menurut Ertl dan Knozinger (1991), katalis hanya mengubah kinetika reaksi, akan tetapi tidak mengubah titik keseimbangan.

Sekitar 85-90% katalis biasa digunakan pada industri kimia, misalnya dalam produksi bahan bakar transportasi. Menurut (Thomas dan Thomas, 1997) katalis yang baik harus memiliki aktivitas dan stabilitas yang tinggi, akan tetapi yang paling penting adalah kemampuan selektivitas. Selektivitas mencerminkan kemampuan katalis dalam mengkonversi reaktan secara langsung. Katalis biasanya mengubah laju reaksi dengan mempromosikan jalur molekular (mekanisme reaksi) dan memungkinkan reaksi terjadi pada temperatur lebih rendah akibat perubahan yang dipicu terhadap pereaksi. Katalis efektif dalam menaikkan laju reaksi, sebab terdapat kemungkinan mekanisme reaksi, dimana masing-masing mempunyai energi aktivasi yang lebih rendah dibanding proses tanpa katalis. Selain itu katalis juga dapat digunakan untuk mengarahkan suatu reaksi sehingga dapat meminimalkan hasil samping dari reaksi tersebut (Islam dkk, 2014).

Menurut Setyawan (1995) ada beberapa parameter yang perlu diperhatikan dalam penilaian baik-buruknya suatu katalis, yaitu:

- a. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk.
- b. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mempercepat suatu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi, sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dan produk samping yang dihasilkan sedikit.
- c. Kestabilan, yaitu waktu yang diperlukan katalis untuk memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
- d. *Yield*, yaitu setiap satuan reaktan yang terkonsumsi untuk jumlah produk yang terbentuk.
- e. *Recycle*, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

Berdasarkan fasanya, katalis dapat dibedakan menjadi dua jenis yaitu katalis homogen dan heterogen. Katalis yang berada dalam fasa yang sama dengan reaktannya disebut katalis homogen, sedangkan katalis yang berada dalam fasa berbeda dengan reaktannya disebut katalis heterogen.

2.6.1 Katalis Homogen

Katalis homogen merupakan suatu sistem katalitik dimana reaktan dan komponen katalis berada dalam satu fasa. Pada katalis homogen, fase dapat berupa cair atau gas, dimana setiap molekul katalis aktif sebagai katalis dengan aktivitas dan selektivitas tinggi. Kelebihan penggunaan katalis homogen, antara lain adalah mudah terurai pada suhu tinggi dan tidak mudah teracuni oleh adanya sedikit zat pengotor. Sedangkan kelemahan dari penggunaan katalis homogen adalah bersifat toksik, sulit digunakan kembali, proses pemisahan produk reaksi dan katalis sulit dilakukan dan biaya produksi tinggi karena katalis homogen tidak dapat diregenerasi kembali. Katalis homogen dapat berupa katalis basa/alkali dan katalis asam. Contoh katalis homogen alkali dalam reaksi transesterifikasi trigliserida adalah NaOH, KOH, NaOCH₃ dan CH₃OK (Vicente dkk, 2004; Hajek dkk, 2012). Di bidang industri, katalis homogen dibutuhkan dalam jumlah besar karena regenerasi untuk menghasilkan bahan kimia sangat kecil. Katalis homogen basa/alkali sering digunakan pada reaksi transesterifikasi karena katalis basa dapat digunakan pada temperatur rendah (suhu ruang) dan waktu reaksi lebih singkat. Sedangkan katalis homogen asam jarang digunakan karena katalis asam membutuhkan suhu tinggi (100°C) dan waktu reaksi yang digunakan lebih lama. Katalis homogen basa memiliki laju reaksi lebih cepat, akan tetapi memiliki kelemahan menghasilkan limbah pencucian dari katalis dan gliserol.

2.6.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktannya. Katalis yang digunakan biasanya berupa padatan dan reaktannya dapat berupa gas atau cair. Sekitar 90% katalis heterogen digunakan dalam industri kimia. Katalis heterogen memiliki beberapa kelebihan yaitu ramah lingkungan, mudah dipisahkan antara katalis dengan produk reaksi, tahan terhadap

suhu tinggi dan memiliki luas permukaan besar. Pada katalis heterogen, fase berupa padatan memiliki pusat aktif yang tidak seragam dengan aktivitas dan selektivitas rendah sampai tinggi. Menurut Ertl dkk (1991) komponen katalis heterogen meliputi sisi aktif, pendukung (*support*), promotor dan inhibitor. Sisi aktif merupakan komponen yang dapat menyebabkan terjadinya proses katalitik, tanpa sisi aktif katalis tidak memiliki pengaruh apapun.

Mekanisme katalis heterogen dapat terjadi melalui proses adsorpsi dan desorpsi. Pada proses adsorpsi, molekul reaktan teradsorpsi pada sisi aktif di permukaan katalis. Katalis tersebut mengubah sifat reaktan yang teradsorpsi kemudian membentuk suatu *intermediet* tertentu yang selanjutnya dilepaskan sebagai produk melalui proses desorpsi (Whyman, 1994). Menurut Shiver dan Atkins (1999), katalis heterogen sebelum digunakan harus diaktivasi terlebih dahulu. Proses ini lebih cenderung dilakukan untuk desorpsi dalam adsorpsi molekul seperti air dari permukaan. Akan tetapi, dalam kasus lain lebih cenderung dilakukan untuk preparasi sisi aktif dengan reaksi kimia, seperti reduksi logam oksida menghasilkan logam aktif.

Katalis heterogen dapat berupa katalis asam, katalis basa dan katalis enzim. Katalis heterogen basa lebih efektif bila dibandingkan katalis heterogen asam dan enzim (Basumatary dkk, 2013; Islam dkk, 2014). Katalis heterogen basa antara lain: oksida dari alkali tanah, oksida dari magnesium dan kalsium, *hydrotalcite*, zeolite, alumina, BaO, CaO, MgO, SrO. Karakteristik katalis heterogen yang dibutuhkan adalah katalis yang mempunyai aktivitas yang tinggi, stabil, kuat dan mempunyai luas permukaan yang besar. Katalis heterogen dengan stabilitas thermal yang tinggi sangat berpengaruh besar terhadap konversi dan *yield* yang diharapkan bila dibandingkan dengan katalis homogen (Xie dkk, 2006; Quitain dkk, 2008; Zabeti dkk, 2009; Zabeti dkk, 2010; Guo dkk, 2011; Shahid dkk, 2011; Sharma dkk, 2011; Hajek dkk, 2012; Atadashi dkk, 2013; Pasupulety dkk, 2013; Islam dkk, 2014; Sajjadi dkk, 2014).

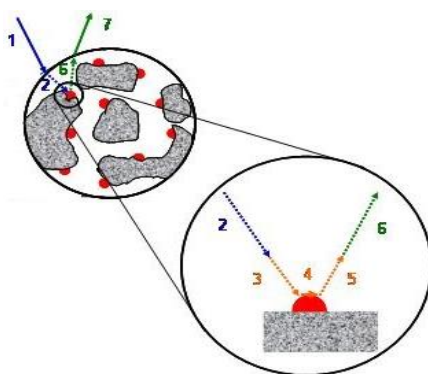
Beberapa kelebihan dan kekurangan katalis heterogen:

1. Stabil pada suhu tinggi,
2. Dapat diregenerasi sehingga mengurangi biaya produksi,
3. Pemisahan lebih mudah karena katalis tidak larut dalam pelarutnya,

4. Waktu yang dibutuhkan pada proses pemisahan lebih singkat, karena tanpa pencucian,
5. Mengurangi terbentuknya limbah akibat proses pencucian, sehingga ramah lingkungan,
6. Mudah teracuni oleh adanya pengotor.

Katalis heterogen pada mekanisme kerjanya melibatkan 7 tahap (Ertl dkk, 1991) yaitu:

1. Difusi reaktan melalui batas daerah sekitar katalis.
2. Difusi reaktan ke dalam pori-pori menuju sisi aktif katalis (difusi pori).
3. Adsorpsi reaktan pada sisi aktif katalis.
4. Interaksi reaktan pada permukaan katalis.
5. Desorpsi produk reaksi dari permukaan katalis.
6. Difusi produk melalui pori-pori katalis.
7. Difusi produk melalui batas daerah sekitar katalis.



Gambar 2.4 Langkah-langkah dalam Reaksi Katalis Heterogen

2.6.3 Preparasi Katalis

Dalam industri banyak digunakan katalis heterogen dan biasanya digunakan dalam bentuk logam murni atau oksidanya. Katalis yang banyak digunakan secara umum adalah katalis dalam bentuk logam-pengemban. Pemilihan pengemban ini harus memperhatikan sifat-sifat bahan pengemban itu sendiri, seperti: Stabilitas *thermal* yang tinggi, memiliki rongga yang memungkinkan terjadinya adsorpsi, memiliki kemampuan untuk mengikat logam sebagai katalis dan mempunyai luas permukaan yang luas. Beberapa metoda

pembuatan katalis logam pengemban adalah: Impregnasi, pertukaran ion, koopresipitasi, *metal vapor deposition*.

Sistem katalis logam pengemban yaitu suatu sistem katalis yang dibuat dengan cara menempatkan komponen aktif logam ke dalam suatu bahan pengemban berpori. Situs aktif logam diharapkan akan terdispersi secara merata ke seluruh permukaan dan pori-pori pengemban. Kemudian dilakukan aktivasi untuk meningkatkan kinerja katalis. Katalis logam pengemban dibuat dengan cara reduksi garam logam yang telah diembankan/dimasukkan dalam bahan pengemban, kemudian dipanaskan (kalsinasi) untuk memodifikasi komponen kimia, kemudian dilanjutkan dengan oksidasi dan reduksi untuk logam yang diembankan (Noiroj dkk, 2009; Zabeti dkk 2010; Chen dkk, 2011).

Cara impregnasi ada dua macam, yaitu impregnasi secara langsung (*coimpregnation*) dan impregnasi bertahap (*sequential*). Impregnasi langsung adalah memasukkan larutan garam logam komponen aktif dan promotor bersama-sama dalam pori penyangga. Impregnasi bertahap adalah melakukan impregnasi komponen aktif dan promotor secara terpisah. Impregnasi bertahap akan menghasilkan katalis yang memiliki aktivitas lebih tinggi dibandingkan dengan impregnasi satu tahap. Pada berbagai jenis katalis heterogen memiliki variasi temperatur dan waktu dalam proses kalsinasi (Xie dkk, 2006; Sharma dkk, 2011; Evangelista dkk, 2012; Kutalek dkk, 2014). Metode impregnasi ada dua yaitu impregnasi kering (*dry impregnation*) dan impregnasi basah (*impregnation to incipient wetness*). Impregnasi kering dilakukan apabila volume larutan yang digunakan kurang dari 1,2 kali volume pori penyangga. Impregnasi basah, apabila volume larutan yang digunakan lebih besar dari 1,5 kali volume pori penyangga.

Metoda yang umum digunakan adalah impregnasi basah karena mudah dilakukan dibandingkan dengan impregnasi kering. Pengeringan merupakan salah satu tahapan dalam pembuatan katalis berpenyangga. Pengeringan bertujuan untuk menghilangkan kandungan air (H_2O) yang ada dalam katalis, sehingga garam logam dapat mengendap pada permukaan pori penyangga. Temperatur yang digunakan untuk pengeringan berkisar antara 110-200°C. Temperatur pengeringan yang biasa digunakan adalah 120°C. Waktu pengeringan berkisar antara 12-24 jam dan pengeringan harus dilakukan dengan laju yang tepat. Laju pengeringan

terlalu cepat, kristal akan mengendap di mulut pori (Lestari, 2006). Kalsinasi merupakan proses pemanasan setelah pengeringan. Kalsinasi bertujuan untuk mendekomposisi garam menjadi bentuk oksidanya, menaikkan temperatur untuk meningkatkan kekuatan (stabilitas mekanik) dan menghilangkan kadar air yang masih tersisa. Temperatur kalsinasi berkisar 400-550°C, waktu kalsinasi berkisar antara 0,1-30 jam disarankan antara 2-20 jam.

2.6.4 Fungsi Katalis dalam Proses Transesterifikasi

Katalis adalah zat yang digunakan untuk mempercepat reaksi antara zat-zat lain. Katalis akan memecah molekul minyak nabati dan melepaskan ester, maka setelah ester bebas akan menempel pada alkohol. Sedangkan katalis dan gliserol akan mengendap. Jumlah katalis yang digunakan harus tepat. Pemakaian katalis yang terlalu sedikit akan menyebabkan minyak dan alkohol tidak bereaksi, apabila jumlah katalis yang digunakan terlalu banyak akan menyebabkan campuran teremulsi. Ada berbagai jenis katalis yang dapat digunakan pada proses transesterifikasi yaitu: katalis homogen, katalis heterogen dan enzim. Katalis basa lebih umum digunakan bila dibanding katalis asam. Selain itu saat ini mulai dikembangkan juga katalis heterogen. Pemilihan jenis katalis ini dipengaruhi oleh jenis bahan baku yang digunakan. Penggunaan katalis homogen pada proses transesterifikasi minyak nabati dengan alkohol memiliki beberapa kelemahan bila dibandingkan dengan katalis heterogen, dimana katalis homogen tidak dapat diregenerasi kembali karena katalis telah bercampur dengan minyak dan metanol, sehingga terbentuk produk samping berupa sabun dan pemisahan antara katalis dan produk lebih rumit serta kurang ramah lingkungan karena membutuhkan banyak air untuk proses pemisahan antara produk dan katalis.

Reaksi transesterifikasi tanpa katalis pada suhu kamar sulit berlangsung, bahkan reaksi pada temperatur proses 200-300°C dapat berlangsung tetapi sangat lambat, karena energi yang masuk untuk reaksi kimia sangat sedikit melampaui energi aktivasinya. Proses transesterifikasi tanpa katalis pada suhu diatas 300°C secara teknis dapat dilakukan akan tetapi proses tersebut menyebabkan perubahan kimia pada asam lemak dan trigliserida. Disamping itu proses pada suhu tinggi membutuhkan input energi yang tinggi, sehingga dari analisa kebutuhan energi

menjadi tidak layak. Oleh karena itu proses transesterifikasi memerlukan katalisator untuk meningkatkan laju reaksi. Transesterifikasi minyak tanaman pada suasana basa berlangsung lebih cepat bila dibandingkan dengan menggunakan katalis asam, sehingga untuk minyak tanaman dengan kandungan FFA rendah lebih banyak ditransesterifikasi menggunakan katalis basa. Alkaline metal hidroksida (KOH dan NaOH) merupakan katalis yang lebih murah dibandingkan metal alkoksida akan tetapi kurang aktif. Penggunaan metal hidroksida pada campuran alkohol-minyak yang bebas air tetap akan terbentuk air didalam sistem sebagai akibat adanya reaksi antara hidroksida dengan alkohol. Munculnya air ini menimbulkan resiko proses hidrolisa ester menjadi sabun. Proses saponifikasi yang tidak dikehendaki ini akan mengurangi presentasi ester yang dihasilkan dan menyulitkan perolehan kembali (*recovery*) gliserol karena terbentuknya emulsi.

2.6.5 Gamma Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Alumina merupakan oksida aluminium dan mempunyai sifat sebagai insulator panas dan tahan terhadap temperatur tinggi, sehingga sering dipakai sebagai katalis atau zat padatan pendukung katalis. Zat padat pendukung dapat meningkatkan stabilitas dan memperluas permukaan fasa aktif katalis. Reaksi katalitik yang berlangsung pada permukaan mengalami peningkatan sebanding dengan luas permukaan katalis. Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) secara umum berbentuk padat, berwarna putih, larut dalam air dan pelarut lain, tidak berbau dan sangat hidroskopik (Zabeti dkk, 2009; Evangelista, 2012; Kutalek dkk, 2014).

Keaktifan dan kereaktifan katalis heterogen ditentukan oleh beberapa faktor, antara lain adalah luas permukaan katalis padatan, volume dan besarnya pori serta distribusi sisi aktif. Gamma-alumina banyak digunakan sebagai katalis dan pendukung katalis, karena selain memiliki luas permukaan yang besar (150-300 m²/g) juga memiliki sisi aktif yang bersifat asam dan basa. Katalis ini dapat ditingkatkan aktifitasnya dengan cara menambahkan suatu materi seperti CaO atau KOH sehingga kebasaan katalis bertambah.

2.6.6 Kalium Hidroksida (KOH)

Kalium hidroksida (KOH) disebut juga *potasy caustic* (kalium hidrat), yang terbentuk dari oksida basa dan membentuk larutan alkalin yang kuat ketika dilarutkan kedalam air. KOH sangat larut dalam air dan akan melepaskan panas ketika dilarutkan kedalam air. KOH sangat larut dalam air dan akan melepaskan panas ketika dilarutkan, karena bereaksi secara eksotermis. KOH juga larut dalam etanol dan metanol, tetapi tidak larut dalam dietil eter dan pelaut non-polar lainnya. Kalium Hidroksida sangat baik digunakan dalam pembuatan FAME melalui proses transesterifikasi dari trigliserida dalam minyak nabati. Kalium hidroksida berbentuk padatan, berwarna putih, bersifat higroskopis, memiliki stabilitas panas yang tinggi (Zumdahl dkk, 2009; Shahid dkk, 2011).

2.6.7 Kalsium Oksida (CaO)

Kalsium oksida (CaO) disebut juga *lime* dan *quicklime*, berbentuk powder berwarna putih. Kalsium oksida apabila dicampur dengan air akan membentuk kalsium hidroksida, secara umum disebut *slaked lime*. CaO berbentuk padat berwarna putih dengan berat molekul 56,07 g/mol, mempunyai densitas 2,211 g/cm³, dengan titik lebur 2613°C (2886K) dan titik didih 2850°C. CaO sukar larut dalam air, dapat larut dalam asam tetapi tidak larut dalam metanol dan CaO ini tidak berbau memiliki sifat racun yang rendah (Zumdahl dkk, 2009). CaO telah diteliti sebagai katalis basa yang kuat dimana untuk menghasilkan FAME menggunakan CaO sebagai katalis basa mempunyai banyak manfaat, misalnya aktivitas tinggi, kondisi reaksi yang rendah, masa katalis yang lama serta biaya katalis yang rendah (Indah dkk, 2011).

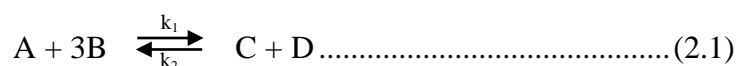
2.8 Metanol

Metanol merupakan senyawa organik yang paling sederhana dari alkohol dan mempunyai bilangan oktan yang tinggi. Metanol pada umumnya dibuat dari gas alam dan dapat juga dihasilkan dari *biomass*. Metanol memiliki kelebihan lebih mudah bereaksi dan lebih stabil bila dibandingkan dengan etanol, karena hanya memiliki satu rantai ikatan karbon, sedangkan etanol memiliki dua ikatan karbon. Metanol banyak digunakan karena harganya yang terjangkau selain itu

juga mudah bereaksi dan stabil bila dibandingkan alkohol jenis lain karena hanya memiliki satu rantai ikatan karbon, selain itu dalam pada proses transesterifikasi laju reaksi yang dihasilkan lebih tinggi dan konversi minyak menjadi ester juga lebih baik. Metanol mudah diperoleh kembali (*recovery*) karena tidak membentuk azeotrop dengan air dan dapat didaur ulang (*recycle*) untuk digunakan kembali (Shahid dkk, 2011; Sajjadi dkk, 2014).

2.9 Kinetika Reaksi Pada Proses Transesterifikasi

Secara umum reaksi transesterifikasi antara minyak nabati (trigliserida) dan alkohol (metanol) dapat dituliskan sebagai berikut:



Karena pada reaksi ini menggunakan metanol yang berlebihan, maka reaksi dapat dianggap searah dan berorde satu terhadap minyak (Indah dkk, 2011), dikarenakan reaksi reversible berjalan lambat, sehingga waktu reaksi yang relative singkat maka reaksi balik ke kiri dapat diabaikan (Diasakou dkk, 1998; Zanette dkk, 2011), sehingga persamaan (2.1) dapat ditulis menjadi:



Menurut (Rahmaniah, 2004) reaksi transesterifikasi menggunakan analisa data kinetik dapat dihitung dengan menggunakan data hasil penelitian pada *reactor batch*, dengan asumsi-asumsi sebagai berikut:

1. Persamaan kinetika reaksi berdasarkan reaksi elementer dan reversible.
2. Penelitian menggunakan metanol berlebih (9:1 molar ratio metanol terhadap minyak), karena jumlah metanol berlebih maka $C_B \approx C_{B0}$.
3. Persamaan laju reaksi berdasarkan trigliserida sebagai *limiting* reaktan.

Persamaan laju reaksinya adalah:

$$-r_A = k_1.C_A.C_B^3 \dots\dots\dots (2.3)$$

Karena pemakaian mol metanol (B) jauh lebih besar dari trigliserida (A) maka ($C_B \gg C_A$), sehingga C_B jauh lebih kecil dari C_{B0} , sehingga persamaan (2.3) menjadi:

$$-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = k.C_A \dots\dots\dots (2.4)$$

Dimana, $k = k_1.C_B^3 \dots\dots\dots (2.5)$

$$-\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{C_A} = k \int_0^t dt \dots\dots\dots (2.6)$$

$$C_A = C_{A0} (1 - x_A) \dots\dots\dots (2.7)$$

Dengan mensubstitusikan persamaan (2.7) ke dalam persamaan (2.6) maka didapatkan:

$$\int_0^t \frac{dx}{1-x_A} = k.t \dots\dots\dots (2.8)$$

Dengan mengintegralkan persamaan (2.8) diperoleh persamaan:

$$-\ln(1 - x_A) = k.t \dots\dots\dots (2.9)$$

Dimana k adalah konstanta kinetika reaksi kimia (menit^{-1}) yang diperoleh dari slope $-\ln(1-x_A)$ Vs t, x adalah konversi minyak kelapa (trigliserida) dan t adalah waktu reaksi (menit). Jika persamaan (2.9) diplot merupakan garis lurus maka reaksi transesterifikasi merupakan orde satu semu (Jain dkk, 2010; Vujicic dkk, 2010; Pasupulety dkk, 2013). Untuk reaksi transesterifikasi dengan katalisator padat dapat didekati dengan model reaksi pseudo homogen dengan mengasumsi tahapan perpindahan massa dan tahanan difusi internal katalisator diabaikan, hal ini disebabkan karena ukuran katalis heterogen padat yang digunakan berukuran sangat halus dan bukan berupa pellet (Rustamaji dkk, 2010; Chen dkk, 2011; Pasupulety dkk, 2013).

Untuk mengetahui nilai energi aktivasi yang dibutuhkan pada reaksi transesterifikasi Freedman menurunkan dari persamaan Arrhenius, dimana konstanta reaksi didapatkan sebagai fungsi dari temperature proses. Persamaan Arrhenius dapat dituliskan sebagai berikut:

$$k = A e^{\left(-\frac{Ea}{RT}\right)} \dots\dots\dots (2.10)$$

Jika dari persamaan (2.10) ruas kanan dan ruas kiri diambil, maka nilai logaritmanya akan menghasilkan persamaan linier dengan konstanta kurva adalah $\ln A$ dan gradient kurva $-\frac{Ea}{R}$, dimana k merupakan fungsi dari $\frac{1}{T}$. Pada konstanta laju reaksi transesterifikasi diukur dengan temperature tertentu, menggunakan pendekatan reaksi orde satu dengan persamaan $\ln C = -kt + \ln Co$. Sehingga, penentuan energi aktivasi (Ea) dilakukan dengan menggunakan persamaan Arrhenius yang merupakan gradient (slope) grafik antara k dengan $(1/T)$ (Vujicic dkk, 2010; Sajjadi dkk, 2014). Persamaan Arrhenius sebagai penentu energi aktivasi (Ea) dapat dituliskan pada persamaan dibawah ini:

$$\begin{aligned} k &= A e^{\left(-\frac{Ea}{RT}\right)} \\ \ln k &= \ln A - \frac{Ea}{RT} \\ \ln k &= -\frac{Ea}{RT} + \ln A \\ Y &= a x + b \end{aligned}$$

2.10 Penelitian Sebelumnya

Beberapa penelitian terdahulu yang berkaitan dan mendasari dari rencana penelitian ini yaitu: Susilo (2008) melakukan penelitian transesterifikasi minyak sawit menggunakan gelombang *ultrasonic*. Penelitian ini menunjukkan bahwa gelombang *ultrasonic* bisa digunakan dalam proses transterifikasi minyak tanaman dengan katalis KOH menjadi biodiesel. Penggunaan gelombang *ultrasonic* bisa memperpendek waktu reaksi dari 30 menit menjadi 1 menit. Konversi minyak sawit menjadi biodiesel dengan aplikasi gelombang *ultrasonic* frekuensi 29,57 bisa mencapai 100%. Zabeti, dkk (2010) melakukan penelitian dengan judul “*Biodiesel production using alumina-supported calcium oxide: An optimum study*”. Penelitian ini menjelaskan tentang *yield* optimal yang dihasilkan dari produk biodiesel sebesar 98,64% dengan reaksi transesterifikasi pada minyak sawit dengan menggunakan katalis $CaO/\gamma-Al_2O_3$. Nilai optimum dari parameter katalis $CaO/\gamma-Al_2O_3$ adalah 5,97% berat, perbandingan rasio mol alkohol:minyak adalah (12:1) dan temperatur reaksi 64,29°C. Chen dkk, (2011) melakukan

penelitian dengan judul “*Biodiesel production in a rotating packed bed using K/ γ - Al_2O_3 solid catalyst*”. Penelitian ini menjelaskan tentang proses metanolisis dari *soybean oil* dengan katalis K/ γ - Al_2O_3 menggunakan *rotating packed bed* (RPB) untuk memproduksi biodiesel, dimana gaya *centrifugal* dan kecepatan perputaran mempengaruhi proses transesterifikasi didalam reaktor dengan menggunakan katalis heterogen. Perbandingan ratio mol metanol terhadap minyak soybean, persentase jumlah katalis, kecepatan perputaran didalam *packed bed reactor* dan suhu reaksi dapat mempengaruhi jumlah *yield* dari biodiesel.

Kembaryanti dkk (2012) melakukan studi proses pembuatan biodiesel dari minyak kelapa (*coconut oil*) dengan bantuan gelombang *ultrasonic*. Katalis yang digunakan adalah NaOH dan frekuensi gelombang 42 kHz, daya 35 watt dan 220 volt. Didapatkan hasil konversi reaksi yang dicapai empat kali lebih besar (85,66%) dibandingkan dengan konversi pada proses konvensional (20,15%). Hajek dkk (2012) melakukan penelitian tentang pembuatan biodiesel dengan menggunakan minyak *rapeseed* dan etanol. Katalis yang digunakan adalah katalis homogen (KOH), katalis heterogen KOH-alumina dan katalis KOH 20% loading terhadap CaO dengan metode impregnasi kering (*dry impregnation method*). Hasil menunjukkan bahwa dengan menggunakan katalis homogen bertambahnya rasio molar memberikan pengaruh jumlah ester yang didapatkan, akan tetapi ada dampak negatif juga yaitu bertambahnya jumlah katalis yang digunakan menyebabkan meningkatnya jumlah penyabunan. Pada katalis heterogen, tingginya aktivitas dan stabilitas katalis dapat mempengaruhi jumlah ester yang diperoleh.

Pasupulety dkk (2013) melakukan penelitian berjudul “*Production of biodiesel from soybean oil on CaO/ Al_2O_3 solid base catalyst*”. Penelitian ini menjelaskan tentang penggunaan katalis CaO dengan (5-25%) loading terhadap Al_2O_3 dengan metode impregnasi kering (*dry impregnation method*), dan katalis CaO 20% loading terhadap Al_2O_3 menghasilkan *yield* biodiesel maksimum sebesar 90% massa. Rasio perbandingan metanol terhadap minyak adalah (9:1). Islam, dkk (2014) melakukan penelitian dengan judul : “*Advances in solid-catalytic and non-catalytic technologies for biodiesel production*”, pada penelitian

ini katalis heterogen memiliki keuntungan dalam tahapan pencucian dari produk biodiesel. Aktivitas katalis, spesifik dalam aplikasi katalis padat basa/asam di dalam reaksi transesterifikasi tergantung pada struktur, kekuatan sifat asam/basa, luas permukaan area berpengaruh besar terhadap stabilitas katalis. Dari variasi terbesar pada katalis padatan baik asam maupun basa didapatkan *yield* biodiesel sebesar >90%. Kutalek, dkk (2014) melalui penelitiannya tentang pembuatan biodiesel menggunakan katalis padatan K/Al_2O_3 dari minyak *rapeseed* dengan *reactor batch* dan *reactor fixed bed*. Dengan perbandingan rasio methanol terhadap minyak adalah (24:1). Penelitian ini menjelaskan tentang penggunaan 16,1% katalis K/Al_2O_3 dengan metode impregnasi kering (*dry impregnation method*) dan menghasilkan *yield* biodiesel maksimum sebesar 80%. Katalis K/Al_2O_3 dapat digunakan hingga 5 kali pemakaian.

Tabel 2.9 Perbandingan data-data kinetika dari beberapa peneliti terdahulu

| Bahan baku | T=°C, P=Mpa | Jenis Katalis | Jenis Proses | Konstanta kec. Reaksi (k) | (k _o)/menit | Energi Aktivasi (Ea) (kJ/mol) | Keterangan | Peneliti |
|----------------------------|---------------|---|--------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|
| <i>Rapessed oil</i> | 350°C/19Mpa | | <i>Batch</i> | 0,0178/detik | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | D. Kusdiana, S. Saka (2000) |
| <i>Rapessed oil</i> | | Ba(OH) ₂ H ₂ O (1,5%) | <i>Batch</i> | | | 98 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | C. Mazzochia, (2004) |
| <i>Soy Bean oil</i> | 215°C/1Mpa | PbO | <i>Batch</i> | 0,0032/menit | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Singh, dkk (2007) |
| <i>Soy Bean oil</i> | 215°C/1Mpa | MgO | <i>Batch</i> | 0,0011/menit | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Singh, dkk (2007) |
| <i>Soy Bean oil</i> | 215°C/1Mpa | MnO | <i>Batch</i> | 0,0014/menit | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Singh, dkk (2007) |
| <i>Soy Bean oil</i> | 215°C/1Mpa | CaO | <i>Batch</i> | 0,0046/menit | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Singh, dkk (2007) |
| <i>Castor bean</i> | | Al ₂ O ₃ /50% KOH | <i>Batch</i> | - | - | 95 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | G. Perin, dkk (2008) |
| <i>Castor bean</i> | | Al ₂ O ₃ /50% KOH | <i>Batch</i> | - | - | 95,5 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | G. Perin, dkk (2009) |
| <i>Sun flower</i> | 60-120°C/1Mpa | K ₂ CO ₃ /Si/Al | <i>Batch</i> | 0,002/detik | - | 72 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Lucic, dkk (2010) |
| <i>Sun flower</i> | | CaO 1 % | <i>Batch</i> | - | - | 32 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Vujicic, dkk (2010) |
| <i>Jatropha curcas oil</i> | 65°C/1MpA | H ₂ SO ₄ 1% (w/w) | <i>Batch</i> | 0,0031/menit | - | 87,81 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Jain. S, dkk (2010) |
| <i>Jatropha curcas oil</i> | 50°C/1MpA | NaOH 1% (w/w) | <i>Batch</i> | 0,008/menit | - | 87,81 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Jain. S, dkk (2010) |
| <i>Palm Oil</i> | 65°C/1MpA | CaO:SrO (50:50) 4% | <i>Batch</i> | 0,005/menit | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Tuti Indah, S (2011) |

| Bahan baku | T=°C, P=Mpa | Jenis Katalis | Jenis Proses | Konstanta kec. Reaksi (k) | (k _o)/menit | Energi Aktivasi (E _a) (kJ/mol) | Keterangan | Peneliti |
|--------------------|-------------|-------------------------------------|--------------|---------------------------|-------------------------|--|---------------------------------|----------------------|
| <i>Palm Oil</i> | 65°C/1MpA | CaO:SrO (50:50) 8% | <i>Batch</i> | 0,006/menit | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Tuti Indah, S (2011) |
| <i>Palm Oil</i> | 65°C/1MpA | CaO:SrO (50:50) 12% | <i>Batch</i> | 0,01/menit | - | - | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Tuti Indah, S (2011) |
| <i>Coconut oil</i> | | KOH | <i>Batch</i> | 0,3039/detik | - | 1,6146 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Nurhidayanti (2015) |
| <i>Coconut oil</i> | | K/γ-Al ₂ O ₃ | <i>Batch</i> | 0,1151/detik | - | 1,4849 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Nurhidayanti (2015) |
| <i>Coconut oil</i> | | Ca/γ-Al ₂ O ₃ | <i>Batch</i> | 0,0023/detik | - | 0,3229 | Mekanisme satu tahap dan orde 1 | Nurhidayanti (2015) |

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Garis Besar Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mempelajari proses pembuatan biofuel dari minyak kelapa menggunakan *ultrasonic* menggunakan katalis heterogen, mempelajari pengaruh dari variabel antara lain: konsentrasi katalis heterogen ($K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), frekuensi gelombang *ultrasonic*, waktu reaksi dan rasio minyak kelapa dan methanol pada kondisi operasi yang telah ditetapkan. Adapun tahapan pada penelitian ini adalah:

1. Tahap preparasi katalis heterogen $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
2. Tahap preparasi katalis heterogen $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
3. Tahapreaksi transesterifikasi dan pemisahan produk dengan menggunakan katalis heterogen ($K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)
4. Tahap analisa produk.

Pada tahap reaksi transesterifikasi, minyak kelapa direaksikan dengan methanol dan katalis kemudian dipanaskan dengan menggunakan gelombang *ultrasonic*. Penggunaan *ultrasonic* akan mempercepat waktu reaksi dibantu dengan adanya penggunaan katalis, sehingga menghasilkan produk utama FAME dan produk samping adalah gliserol. Kemudian produk FAME dipisahkan dari gliserol, untuk dilakukan analisa kimia kuantitatif dan analisa sifat fisik dari produk FAME.

3.2 Bahan dan Peralatan

3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Minyak Kelapa

Minyak kelapa yang digunakan sebagai bahan baku dalam percobaan ini adalah minyak kelapa yang dibeli dari supermarket dengan merk *Coconut Oil Barco*.

2. Metanol (CH_3OH 99%)

Metanol yang digunakan sebagai pereaksi dalam reaksi transesterifikasi diperoleh dari supplier bahan kimia Brataco Chem.

3. KOH

Kalium Hidroksida yang digunakan sebagai katalis diperoleh dari supplier bahan kimia Brataco Chem.

4. CaO

Calcium Oksida yang digunakan sebagai katalis diperoleh dari supplier bahan kimia Brataco Chem.

5. $\text{K}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Katalis yang digunakan adalah $\text{K}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang merupakan hasil preparasi antara KOH dan gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$). Sedangkan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah katalis *pure absolute* yang diperoleh dari supplier bahan kimia Brataco Chem.

6. $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Katalis yang digunakan adalah $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang merupakan hasil preparasi antara CaO dan gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$). Sedangkan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah katalis *pure absolute* yang diperoleh dari supplier bahan kimia Brataco Chem.

3.2.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan meliputi:

1. Peralatan utama

Peralatan utama proses yang digunakan dalam proses percobaan ini adalah sebagai berikut:

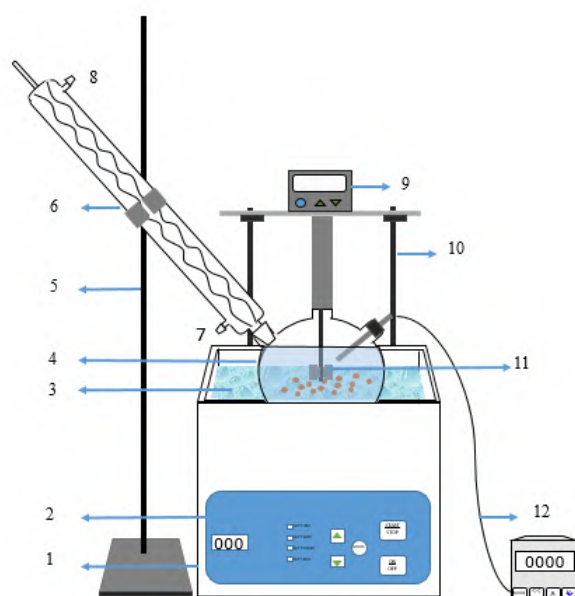
1. *Ultrasonic*

Instrumen *ultrasonic* yang digunakan adalah merk KRISBOW KW1801033 milik Laboratorium Teknologi Proses Teknik Kimia-FTI ITS. Peralatan ini mempunyai frekuensi 20 kHz pada level bawah dan 40 kHz pada level atas, dengan *ultrasonic power* 100 W, kapasitas 2,8 liter dan Voltage 240 V/50Hz.

2. Reaktor

Reaktor yang digunakan pada reaksi transesterifikasi ini adalah reaktor kaca labu leher tiga dilengkapi dengan kondensor reflux dengan panjang 40 cm, dengan volume reaktor sebesar 250 ml. *Reactor* dilengkapi dengan pengadukan mekanis sebagai homogenasi larutan pada saat proses reaksi berlangsung dan *Termocopel* untuk pengukuran suhu.

Rancangan peralatan utama yang digunakan pada proses reaksi transesterifikasi untuk menghasilkan produk FAME terdapat pada gambar 3.1 dibawah ini:



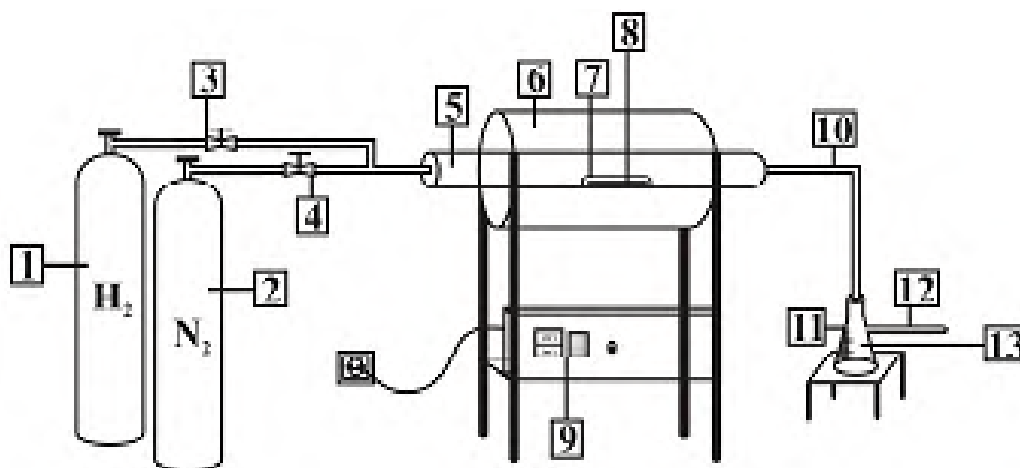
Gambar 3.1 Rangkaian Peralatan Transesterifikasi

Keterangan gambar:

- | | |
|------------------------------------|--------------------------------|
| 1. <i>Ultrasonic cleaning bath</i> | 7. Aliran air pendingin masuk |
| 2. <i>Control panel</i> | 8. Aliran air pendingin keluar |
| 3. Air | 9. Motor |
| 4. Reaktor labu leher tiga | 10. <i>Holder</i> |
| 5. <i>Statif</i> | 11. Pengaduk |
| 6. Kondensor reflux | 12. <i>Termocopel</i> |

2. Peralatan Pendukung

Peralatan pendukung yang digunakan dalam preparasi katalis meliputi: *glassware*, oven dan kalsinasi. Rangkaian alat kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini berupa *tubular furnace* dengan merk *Lim Elektro Therm* Jerman. *Tubular furnace* ini memiliki panjang 80 cm dengan diameter 10 cm, memerlukan daya sebesar 2900 watt, dilengkapi dengan *temperature control* untuk mengendalikan suhu operasi reaktor kalsinasi. Untuk tempat penampungan katalis didalam *furnace* digunakan *nucelle* dari bahan *quartz*. *Nucelle* yang digunakan memiliki diameter ½ inchi dengan panjang 20 cm. Peralatan kalsinasi ini dilengkapi dengan tabung N₂ dan H₂ untuk menyuplai gas kedalam reaktor kalsinasi. Rangkaian alat kalsinasi dapat dilihat seperti pada Gambar 3.2 dibawah ini:



Gambar 3.2 Rangkaian Peralatan Kalsinasi

Keterangan Gambar :

- | | |
|---|---------------------------------|
| 1. Tabung gas H ₂ | 7. <i>Nucelle</i> |
| 2. Tabung gas N ₂ | 8. Katalis |
| 3. <i>Valve tube</i> gas H ₂ | 9. Panel control <i>furnace</i> |
| 4. <i>Valve tube</i> gas N ₂ | 10. <i>Tube gas outlet</i> |
| 5. Reaktor kalsinasi | 11. <i>Vaccumfest</i> |
| 6. Furnace | 12. Gas keluar |
| | 13. Penampung |

3.3 Prosedur Penelitian

Tahapan prosedur penelitian adalah sebagai berikut:

3.3.1 Tahap preparasi katalis K/ γ -Al₂O₃

Pada pembuatan katalis K/ γ -Al₂O₃ dipreparasi dengan metode impregnasi kering (*dry impregnation method*) yang dikembangkan oleh Noiroj dkk (2014) dengan melakukan sedikit modifikasi. Noiroj dkk (2014) menetapkan *loading* KOH terhadap γ -Al₂O₃ (10-35% berat), sedangkan peneliti menetapkan *loading* KOH sebesar 20% berat. Preparasi katalis K/ γ -Al₂O₃ dengan prosedur sebagai berikut: Kalium Hidroksida (KOH) dengan konsentrasi berat sebesar 20% mol (terhadap alumina yang berfungsi sebagai *support*) untuk disintesa, kemudian ditambahkan 100 ml aquadest dalam sebuah *beaker glass* dan diaduk selama 30 menit. Hasil sintesa kemudian ditambahkan 10 gram γ -Al₂O₃ diikuti dengan pengadukan selama 3 jam menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian *slurry* yang terbentuk dipanaskan pada suhu 120°C didalam oven selama 12 jam untuk menghilangkan kandungan air dan kemudian dikalsinasi didalam *muffle furnace* pada suhu 550°C dengan aliran gas N₂ selama 2 jam dan H₂ selama 2 jam. Katalis K/ γ -Al₂O₃ hasil kalsinasi kemudian dikarakterisasi dengan metode XRD, bertujuan untuk mengetahui bentuk kristalinitas katalis dan difraktogram katalis.

3.3.2 Tahap preparasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃

Pada pembuatan katalis Ca/ γ -Al₂O₃ peneliti mengadopsi metode impregnasi kering (*dry impregnation method*) yang dikembangkan oleh Pasupulety dkk (2013) dengan melakukan sedikit modifikasi. Pasupulety dkk (2014) menggunakan Ca(NO₃)₂·4H₂O dengan menetapkan *loading* CaO terhadap γ -Al₂O₃ (5-25% berat), sedangkan peneliti menggunakan CaO, air dan CH₃COOH dengan menetapkan *loading* CaO 25% berat. Preparasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃ dengan prosedur sebagai berikut: Kalsium oksida (CaO) dengan konsentrasi sebesar 25% mol (terhadap alumina yang berfungsi sebagai *support*) untuk disintesa, kemudian ditambahkan 100 ml aquadest dan 5,72 ml asam asetat (CH₃COOH) dalam sebuah *beaker glass* diaduk selama 30 menit. Hasil sintesa kemudian ditambahkan 10 gram γ -Al₂O₃ diikuti dengan pengadukan selama 3 jam menggunakan *magnetic*

stirrer. *Slurry* yang terbentuk dipanaskan pada suhu 120°C didalam oven dalam 12 jam untuk menghilangkan kandungan air dan kemudian dikalsinasi didalam *muffle furnace* pada suhu 550°C dengan aliran N₂ selama 2 jam dan H₂ selama 2 jam. Katalis yang didapat dikarakterisasi dengan metode *XRD* untuk mengetahui bentuk kristalinitas katalis dan difraktogram katalis.

3.3.3 Tahap transesterifikasi dan pemisahan produk dengan menggunakan katalis heterogen (K/γ-Al₂O₃ dan Ca/γ-Al₂O₃)

1. Mencampur campuran metanol-katalis dengan minyak kelapa
2. Mengatur frekuensi dan waktu pemanasan didalam *ultrasonic cleaning bath* sesuai variabel.
3. Memanaskan campuran didalam *ultrasonic cleaning bath* dengan waktu sesuai dengan variabel, selama proses pemanasan suhu operasi diamati dan dicatat.
4. Menghentikan pemanasan dan memindahkan hasil proses reaksi kedalam beberapa tabung kaca untuk dilakukan proses *centrifuse* selama 1 jam.
5. Memisahkan dua lapisan hasil produk tanpa melalui proses pencucian karena gliserol telah memadat dan terpisah sempurna dari proses *centrifuse* sebelumnya.
6. FAME yang sudah terpisah dimasukkan kedalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam.
7. Menganalisa secara kualitatif dan kuantitatif dari produk FAME yang telah dihasilkan.

3.3.4 Tahap Analisa Produk

Menganalisa FAME yang diperoleh untuk mengetahui kualitas FAME dengan parameter uji sebagai berikut:

1. Densitas

$$\text{Densitas} = \frac{\text{Massa pikno dan sample} - \text{massa pikno kosong}}{\text{Volume pikno}}$$

2. Viskositas

$$\text{Viskositas} = \text{waktu pengukuran} \times \text{faktor koreksi}$$

3. Uji *yield methyl ester*

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{Berat Produk} \times \% \text{Kadar Kemurnian}}{\text{Berat Minyak Kelapa}} \times 100 \%$$

4. Uji *flash point*

3.4 Kondisi Operasi

Kondisi operasi yang tetap dijaga dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Tekanan atmosferik
2. Rasio minyak kelapa dan metanol: 1:9 mol
3. Kecepatan pengadukan 200 rpm

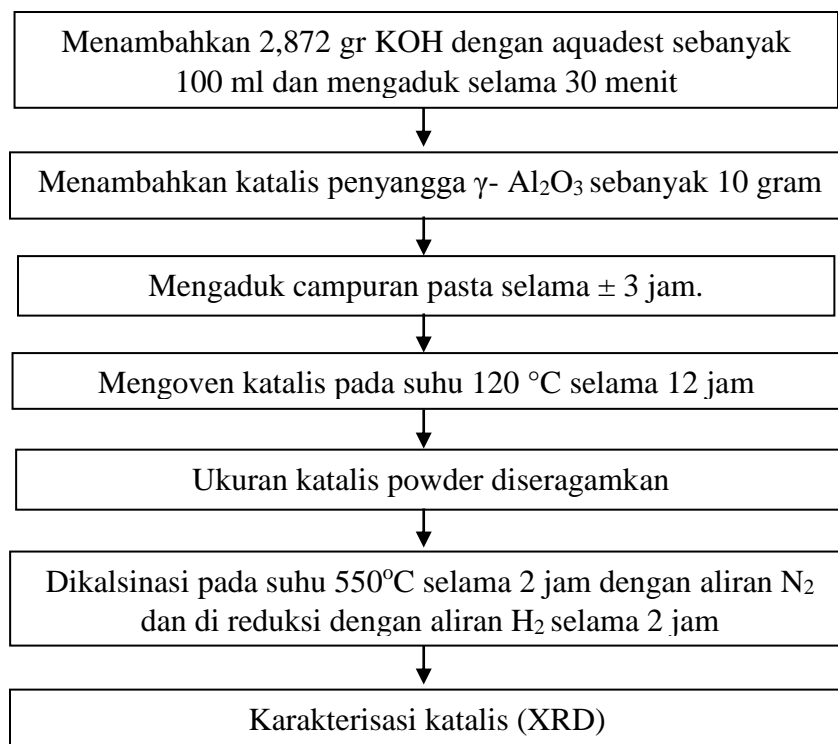
3.5 Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ : 0,5% ; 1% ; 1,5% ; 2% dan 2,5% (wt)
2. Konsentrasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃ : 0,5% ; 1% ; 1,5% ; 2% dan 2,5% (wt)
3. Waktu reaksi: : 0,5 ; 1 ; 1,5 ; 2 dan 2,5 (menit)
4. Frekuensi gelombang *ultrasonic* : 20 kHz dan 40 kHz

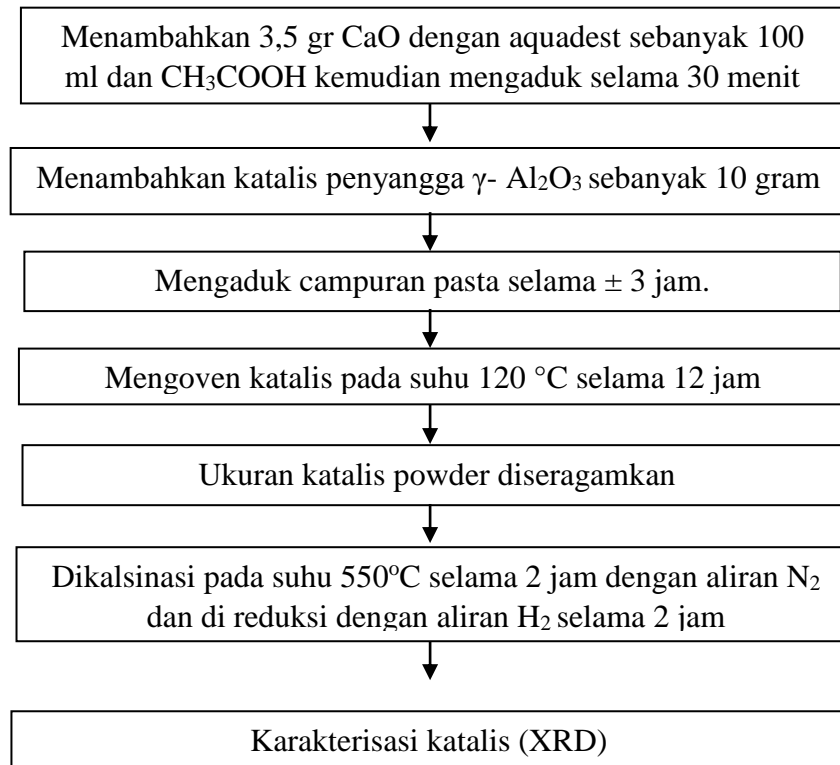
3.6 Flowchart Prosedur Penelitian

a. Preparasi katalis K/ γ -Al₂O₃



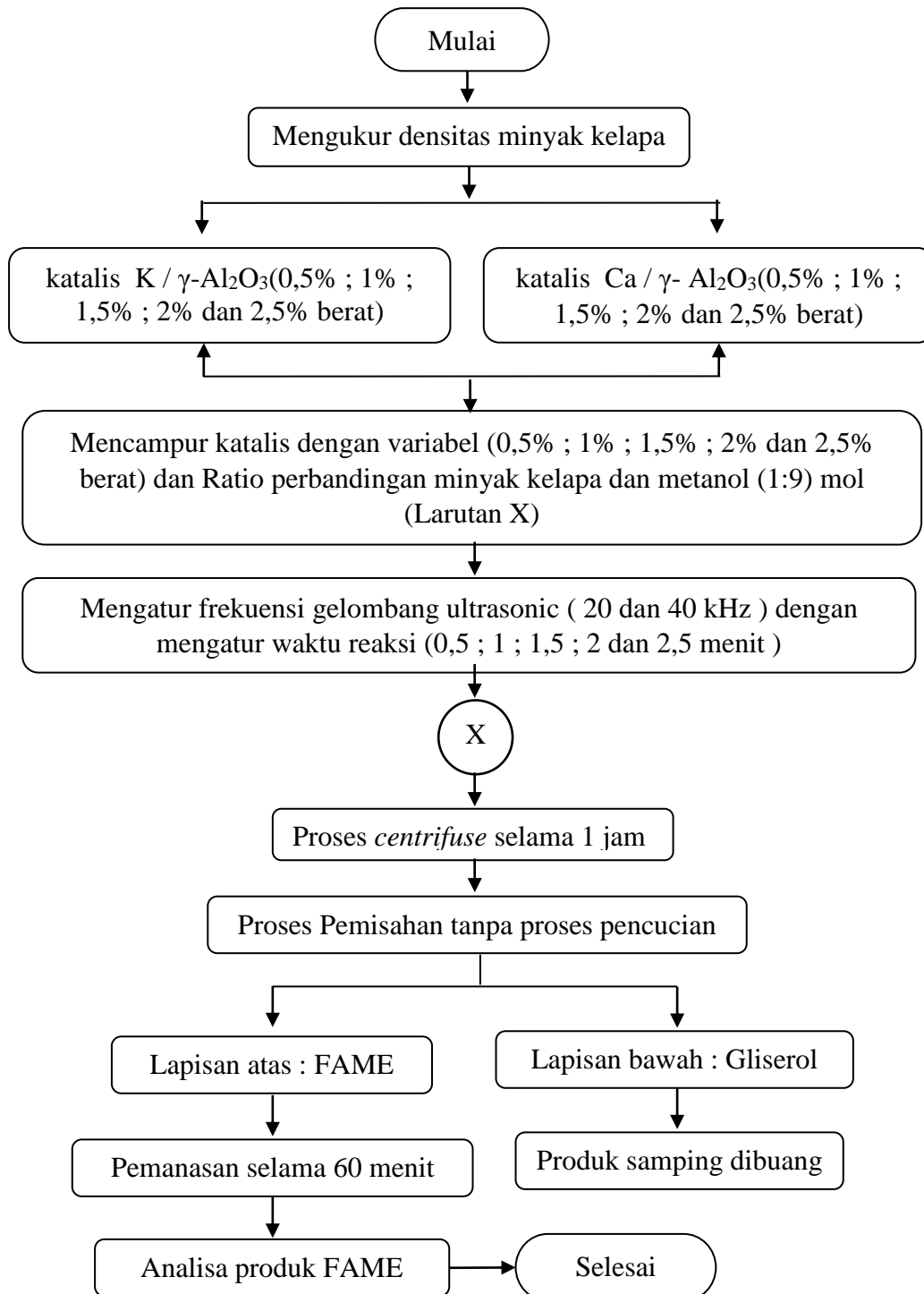
Gambar 3.3 Diagram blok proses preparasi katalis K/ γ -Al₂O₃

b. Preparasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃



Gambar 3.4 Diagram blok proses preparasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃

c. *Flowchart* prosedur penelitian pembuatan FAME dengan menggunakan katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.



Gambar 3.4. *Flowchart* prosedur pembuatan FAME dengan menggunakan katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

3.7 Rencana Jadwal Kegiatan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan selama dua semester dengan rencana jadwal kegiatan penelitian sebagai berikut:

Tabel 3.1 Jadwal kegiatan penelitian

| Kegiatan | Bulan (2015–2016) | | | | | | | | | | | |
|---|-------------------|---|---|----|----|----|---|---|---|---|---|---|
| | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Studi Literatur | | | | | | | | | | | | |
| 2. Persiapan Alat dan Bahan | | | | | | | | | | | | |
| 3. Eksperimen | | | | | | | | | | | | |
| 4. Karakterisasi dan Analisa Hasil Eksperimen | | | | | | | | | | | | |
| 5. Laporan Kemajuan Penelitian | | | | | | | | | | | | |
| 6. Penulisan Laporan Penelitian | | | | | | | | | | | | |

BAB 4

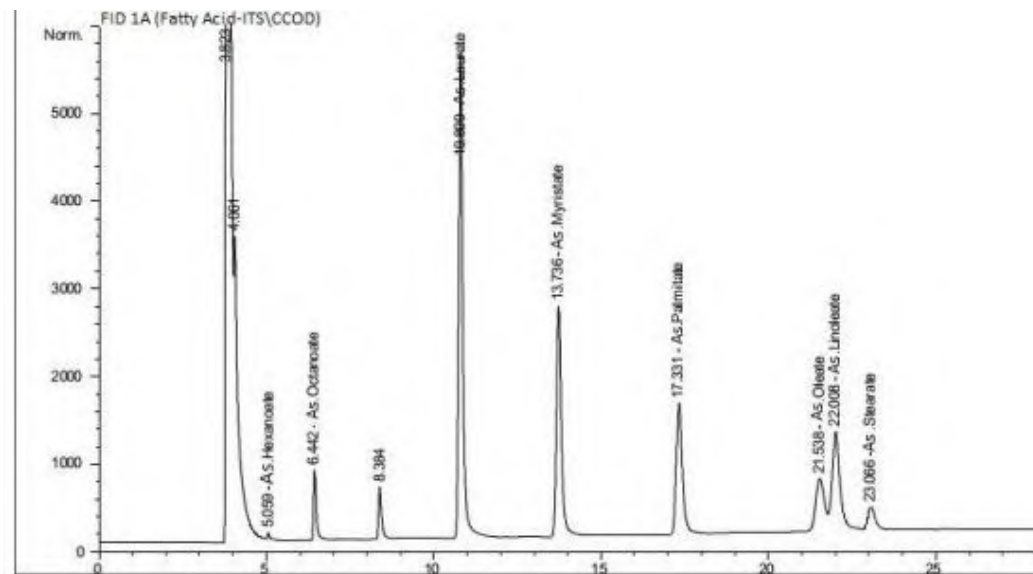
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian pembuatan biofuel dari minyak kelapa menggunakan gelombang *ultrasonic* telah dilakukan di Laboratorium Teknologi Proses Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Penelitian dilakukan pada tekanan atmosferik dengan rasio mol minyak kelapa:mol methanol sebesar 1:9. Penelitian ini menggunakan empat variabel yaitu: jenis katalis, konsentrasi katalis, waktu reaksi dan frekuensi gelombang *ultrasonic*. Jenis katalis yang digunakan adalah K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ dengan konsentrasi 0,5%, 1%, 1,5%, 2%, dan 2,5% per berat minyak kelapa. Variasi frekuensi yang digunakan yaitu 20 Khz dan 40 Khz, dengan variasi waktu 0,5, 1, 1,5, 2 dan 2,5 menit. Adanya variasi pada setiap variabel untuk mengetahui pengaruh variabel terhadap yield biofuel yang dihasilkan.

Pada penelitian ini dilakukan analisa awal minyak kelapa untuk mengetahui data fisis minyak kelapa. Didapatkan densitas minyak kelapa adalah sebesar 0,913 g/mL, viskositas minyak kelapa 32,5 cSt dan % FFA minyak kelapa sebesar 0,1498. Hasil penelitian yang telah dilakukan akan dibahas lebih lanjut dalam bab ini.

4.1 Karakteristik Bahan Baku

Pada penelitian ini dilakukan Analisa *Gas Chromatography* (GC) pada bahan baku untuk mengetahui komponen asam lemak yang terdapat dalam minyak kelapa merk Barco. Hasil analisa GC dari minyak kelapa merk Barco dapat dilihat pada Gambar 4.1. Berdasarkan hasil analisa GC, diketahui bahwa komposisi asam lemak minyak kelapa merk Barco didominasi oleh *Laurate acid* dan *Myristate acid* masing-masing sebesar 40,91% dan 22,02%. Hasil ini sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa asam lemak yang dominan dalam minyak kelapa adalah asam laurat sebesar 40% - 48% dan asam myristate sebesar 18% (Pasaribu, 2004; Lee and Shah, 2013).



Gambar 4.1 Kromatogram hasil uji GC Minyak Kelapa merk Barco

Tabel 4.1 Komposisi Asam Lemak Minyak Kelapa Merk Barco

| Asam Lemak | Komposisi (%) |
|----------------|---------------|
| Asam Hexanoat | 0,0067 |
| Asam Octanoat | 7,548 |
| Asam Laurate | 40,914 |
| Asam Myristate | 22,026 |
| Asam Palmitate | 13,6246 |
| Asam Oleat | 9,491 |
| Asam Linoleat | 5,083 |
| Asam Stearat | 0,637 |

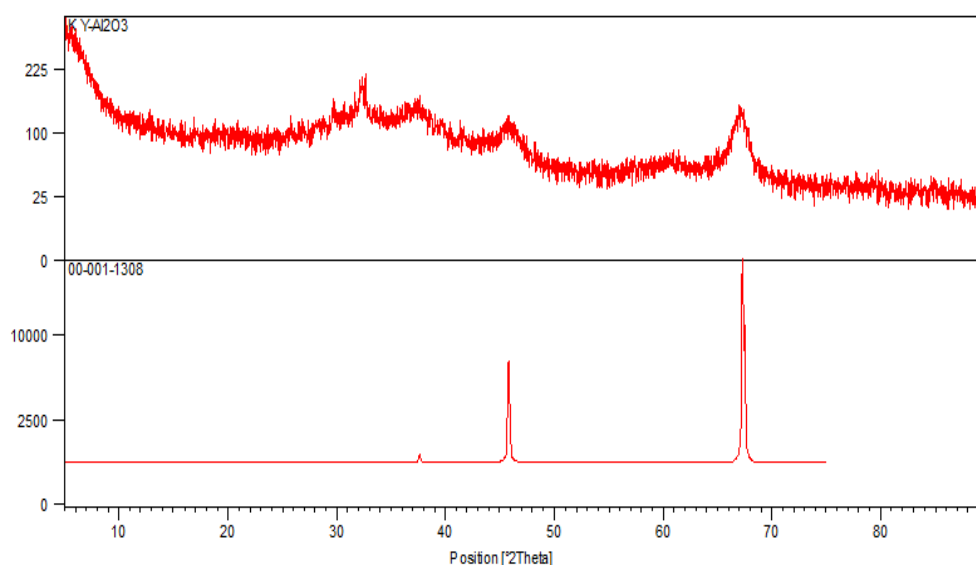
Dengan diketahuinya komponen asam lemak, maka berat molekul dari minyak kelapa dapat dihitung. Dari hasil perhitungan didapatkan berat molekul minyak kelapa sebesar 638,32 g/gmol. Berat molekul dari perhitungan ini telah mendekati berat molekul minyak kelapa yang didapatkan dari literatur, yaitu 642,24 gr/gmol (Serio, 2008)

4.2 Karakterisasi Katalis

4.2.1 Analisa XRD untuk Katalis K/ γ - Al_2O_3 dan Ca/ γ - Al_2O_3

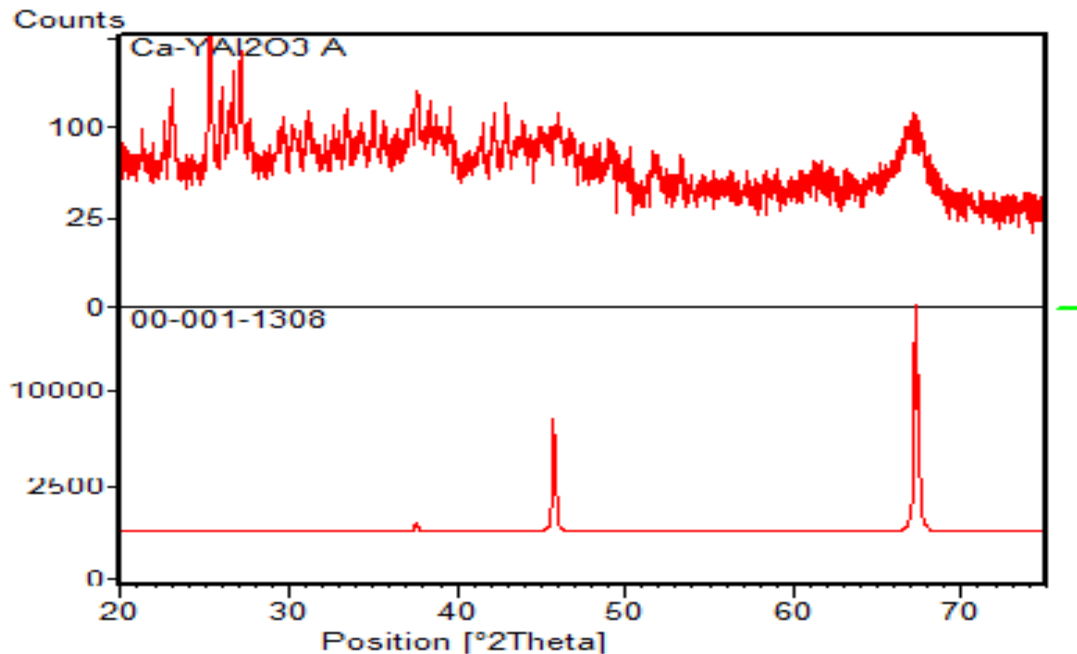
Pada penelitian ini digunakan katalis heterogen K/ γ - Al_2O_3 yang dibuat dengan metode impregnasi kering. Katalis homogen Kalium Hidroksida (KOH)

diimpregnasi ke penyangga (*support*) yaitu γ -Al₂O₃. Katalis K/ γ -Al₂O₃ hasil sintesis kemudian dianalisis dengan XRD untuk mengetahui bentuk kristalinitas dari katalis dan difraktogram katalis tersebut. Berdasarkan analisa hasil XRD pada gambar 4.2 dapat dilihat pola difraktogram katalis K/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃. Pada gambar 4.2 (a) menunjukkan peak senyawa K muncul pada sudut 2θ yaitu pada 29,70°, 32,14° dan 32,65°. Sedangkan peak γ -Al₂O₃ muncul pada sudut 2θ , yaitu 37,66°, 45,82° dan 67,22°. Hal ini sesuai dengan data pembandingan dari JCPDS seperti yang terlihat pada gambar 4.2 (b) dimana muncul peak γ -Al₂O₃ pada sudut 2θ , yaitu 37,66°, 45,82° dan 67,22°. Difraktogram hasil XRD menunjukkan bahwa senyawa K terdispersi dengan baik pada support γ -Al₂O₃, sehingga dapat disimpulkan bahwa promotor K menempel pada support γ -Al₂O₃.



Gambar 4.2 Hasil Analisa XRD (a) K/ γ -Al₂O₃ dan (b) γ -Al₂O₃ referensi JCPDS

Gambar 4.3 adalah difraktogram hasil XRD dari katalis Ca/ γ -Al₂O₃, pada gambar 4.3 peak Ca muncul pada sudut 2θ yaitu: 21,34°, 23,13°, 25,34°, 26,76°, 27,17°, 33,44°, 37,68°, 39,63°, 42,98° dan 46,11°. Sedangkan peak γ -Al₂O₃ 37,66°, 45,82° dan 67,22°. Hasil analisa ini menunjukkan bahwa Ca terdispersi dengan baik pada support γ -Al₂O₃, sehingga dapat disimpulkan bahwa promotor Ca menempel pada support γ -Al₂O₃.



Gambar 4.3 Hasil Analisa XRD (a) Ca/ γ -Al₂O₃ dan (b) γ -Al₂O₃ referensi JCPDS

4.2.2 Analisa Luas Permukaan, Volume Pori dan Diameter Pori

Pada penelitian ini untuk menganalisa luas permukaan, volume pori dan diameter pori rata-rata dari suatu partikel dilakukan dengan metode BET. Pada tabel 4.2 dapat dilihat bahwa luas permukaan katalis K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ lebih kecil bila dibandingkan dengan luas permukaan dari γ -Al₂O₃ yaitu 120-190 m²/g (Ilgen dan Akin, 2009). Terlihat bahwa katalis K/ γ -Al₂O₃ dengan 20% *loading* terhadap kalsium oksida dan potassium hidroksida terdispersi sangat baik pada pori alumina dengan berkurangnya luas permukaan katalis γ -Al₂O₃ tanpa mengurangi sisi aktif dari permukaan katalis (Huaping, dkk, 2006; Zabeti dkk, 2010).

Tabel 4.2 Karakteristik katalis hasil analisa BET

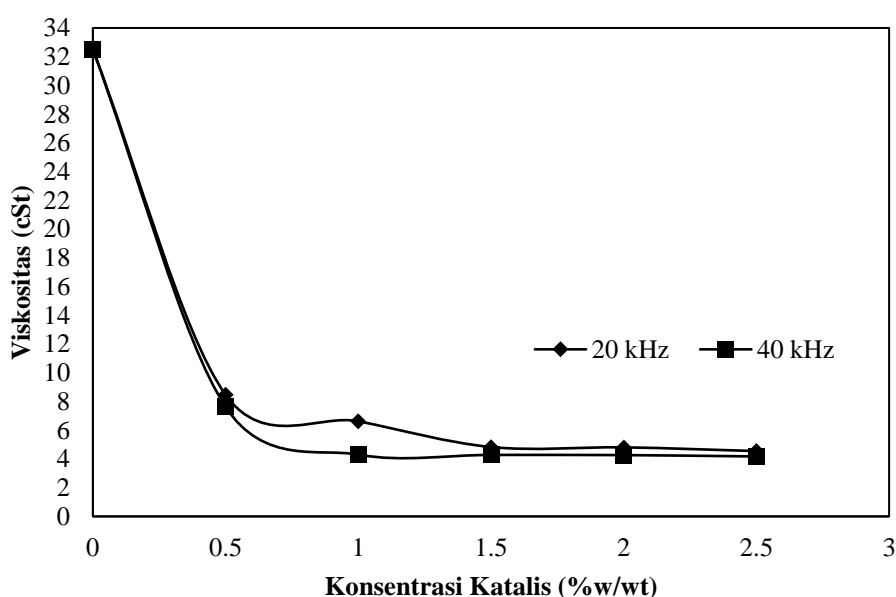
| Jenis Katalis | Luas Permukaan (m ² /g) | Diameter pori (Angstrom) | Volume pori (cm ³ /g) |
|--|---------------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------|
| K/ γ -Al ₂ O ₃ | 34,031 | 66,120 | 0,107 |
| Ca/ γ -Al ₂ O ₃ | 83,770 | 35,218 | 0,145 |

4.3 Hasil Proses Transesterifikasi Menggunakan Gelombang *Ultrasonic*

Proses transesterifikasi adalah tahap utama pembuatan FAME, karena bertujuan untuk mengkonversi trigliserida menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) atau FAME.

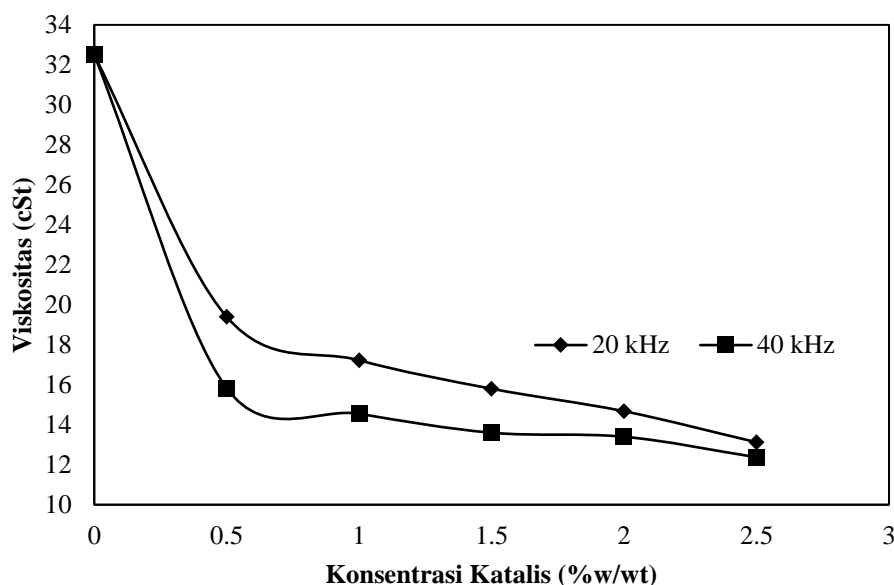
4.3.1 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Viskositas produk FAME

Minyak kelapa mempunyai viskositas kinematik yang tinggi yaitu sebesar 32,5 cSt. Dengan adanya proses transesterifikasi minyak kelapa menjadi FAME akan terjadi penurunan viskositas kinematik. Dari hasil proses transesterifikasi diperoleh viskositas kinematik berkisar antara 3 hingga 32,5 cSt. Viskositas standar FAME ASTM adalah 2,3 hingga 6 cSt.



Gambar 4.4 Pengaruh konsentrasi katalis terhadap viskositas FAME pada $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $t = 150$ detik

Gambar 4.4 menunjukkan pengaruh jumlah katalis saat proses transesterifikasi terhadap viskositas FAME yang dihasilkan pada masing-masing variabel frekuensi dan jenis katalis. Untuk Katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ viskositas produk yang paling rendah saat frekuensi 40 kHz pada konsentrasi katalis 2,5% dan waktu 150 detik adalah sebesar 4,172 cSt, sedangkan untuk frekuensi 20 kHz viskositas terendah adalah 4,550 cSt.



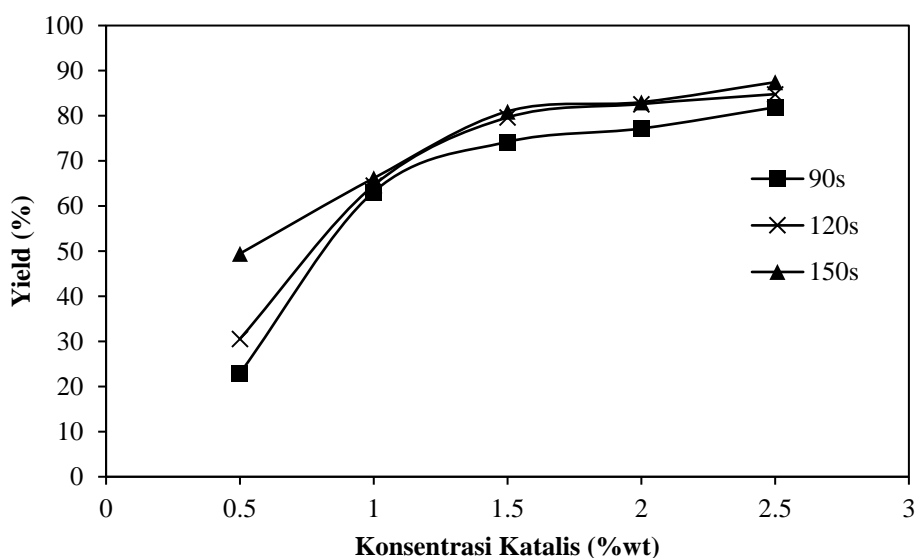
Gambar 4.5 Pengaruh konsentrasi katalis terhadap viskositas FAME pada Ca/ γ -Al₂O₃ dan t = 150 detik

Gambar 4.5 menunjukkan viskositas produk dengan katalis Ca/ γ -Al₂O₃ dengan berbagai variasi konsentrasi, viskositas produk yang paling rendah pada saat frekuensi 40 kHz pada konsentrasi katalis 2,5% dan waktu 150 detik adalah sebesar 12,375 cSt, sedangkan untuk frekuensi 20 kHz viskositas tertinggi adalah 13,125 cSt. Penurunan viskositas pada produk dengan katalis K/ γ -Al₂O₃ ini menunjukkan bahwa komponen minyak kelapa telah terkonversi menjadi FAME dan dipengaruhi oleh adanya pengaruh aplikasi frekuensi gelombang *ultrasonic* karena semakin besar frekuensi akan memberikan efek thermal yang besar pula yang ditandai dengan peningkatan suhu yang sangat cepat. Reaktan yang telah terkonversi menjadi FAME dan gliserol akan mengalami reaksi lanjut seiring peningkatan tekanan dan peningkatan suhu. (Refaat dan Sheltway, 2008). Viskositas merupakan ukuran resistansi bahan bakar yang dialirkan dalam pipa kapiler terhadap gaya gravitasi. Viskositas mempengaruhi derajat pemanasan awal yang diperlukan untuk handling, penyimpanan dan atomisasi. Atomisasi yang jelek akan mengakibatkan terjadinya pembentukan endapan karbon pada ujung burner sehingga pemanasan awal sangat penting untuk atomisasi yang tepat, jika bahan bakar terlampaui kental akan menyulitkan dalam aliran, pemompaan dan penyalaan, jika bahan bakar terlalu encer akan menyulitkan penyebaran bahan

bakar sehingga sulit terbakar dan akan mengakibatkan kebocoran dalam pipa injeksi (Handayani, 2015).

4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Yield Produk Metil Ester

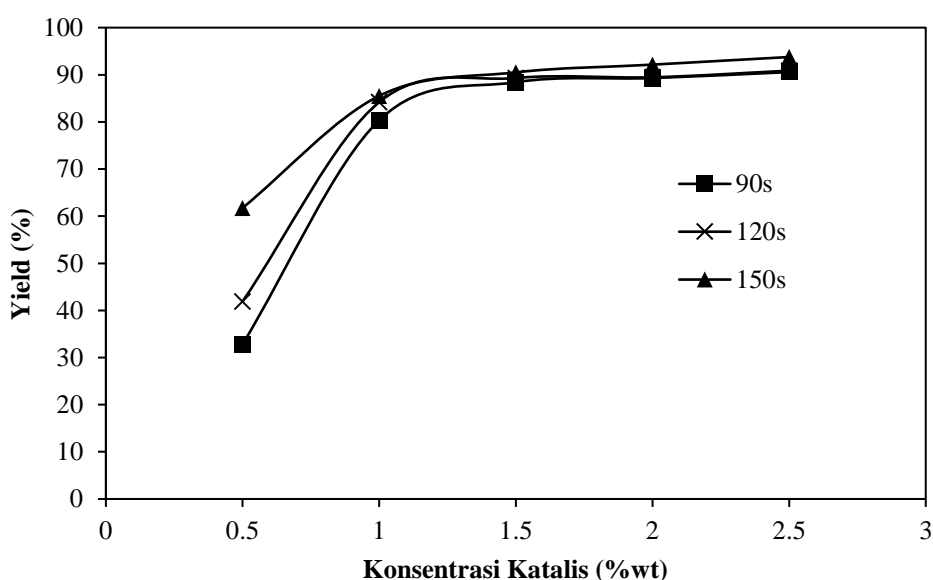
Dalam proses transesterifikasi konsentrasi katalis merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi reaksi. Pada gambar 4.6 Pada konsentrasi K/ γ -Al₂O₃ 0,5% diperoleh yield masing-masing pada waktu 90, 120 dan 150 detik adalah 22,94%, 30,55% dan 49,44% yield terus meningkat dengan bertambahnya konsentrasi. Yield tertinggi pada penggunaan frekuensi gelombang ultrasonic 20 kHz adalah 87,44% dengan konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ 2,5% dan waktu reaksi 150 detik.



Gambar 4.6 Pengaruh konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 20 kHz

Sedangkan untuk frekuensi gelombang 40 kHz, gambar 4.7 menunjukkan pengaruh variasi konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dan frekuensi gelombang *ultrasonic* 40 kHz. Dari gambar tersebut dapat dilihat adanya peningkatan yield produk. Pada konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ 0,5% diperoleh yield masing-masing pada waktu 90, 120 dan 150 detik adalah 32,83%, 41,89% dan 61,73% yield terus meningkat dengan bertambahnya konsentrasi. Yield tertinggi pada penggunaan frekuensi gelombang

ultrasonic 40 kHz adalah 93,76% dengan konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ 2,5% dan waktu reaksi 150 detik. Hal ini menunjukkan bahwa katalis homogen basa (KOH) terdispersi secara sempurna dan merata ke seluruh permukaan pori katalis penyangga γ -Al₂O₃, sehingga dalam proses transesterifikasi yang telah dilakukan dapat menghasilkan yield (%) produk yang tinggi. Beberapa penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa pada berbagai variasi *loading* katalis homogen basa (KOH) terhadap katalis penyangga γ -Al₂O₃ dapat menghasilkan yield produk yang tinggi, yaitu > 80% (Noiroj, K., dkk, 2009; Taufiq, Y.H., dkk, 2011; Kutalek, P., dkk, 2014; Nurhidayanti, 2016).

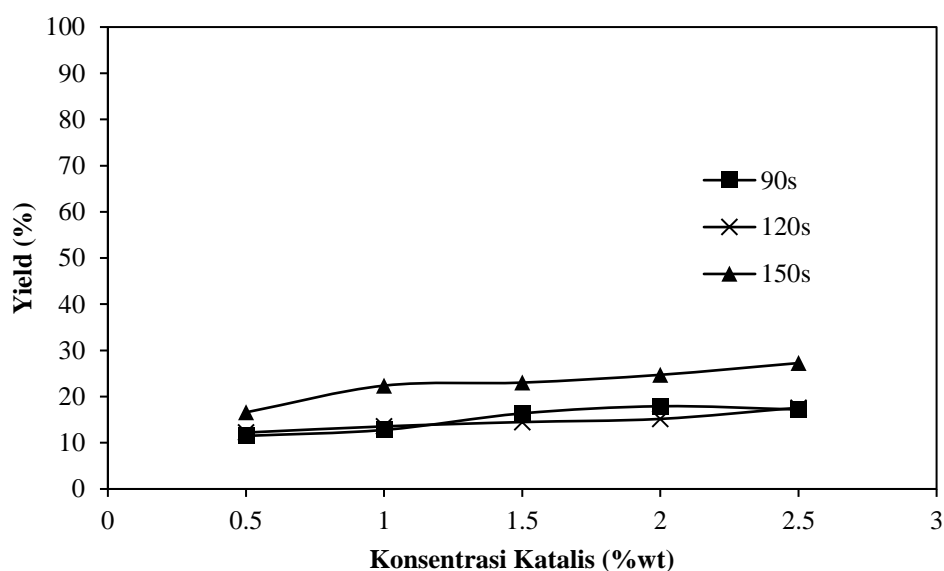


Gambar 4.7 Pengaruh konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 40 kHz.

Dari gambar 4.6 dan 4.7 dapat dilihat adanya peningkatan yield yang cenderung konstan pada konsentrasi yang semakin besar dan waktu reaksi yang semakin lama disebabkan suhu yang dihasilkan oleh gelombang *ultrasonic* cenderung konstan pada waktu 120 – 150 detik. Dari hasil penelitian ini dapat dilihat yield yang diperoleh cukup tinggi karena katalis K/ γ -Al₂O₃ mempunyai aktivitas yang tinggi dan stabil (Kutalek et al, 2014). Proses transesterifikasi menggunakan katalis K/ γ -Al₂O₃ telah banyak dilakukan persentase jumlah katalis K/ γ -Al₂O₃ dalam proses transesterifikasi mempengaruhi jumlah yield dari FAME.

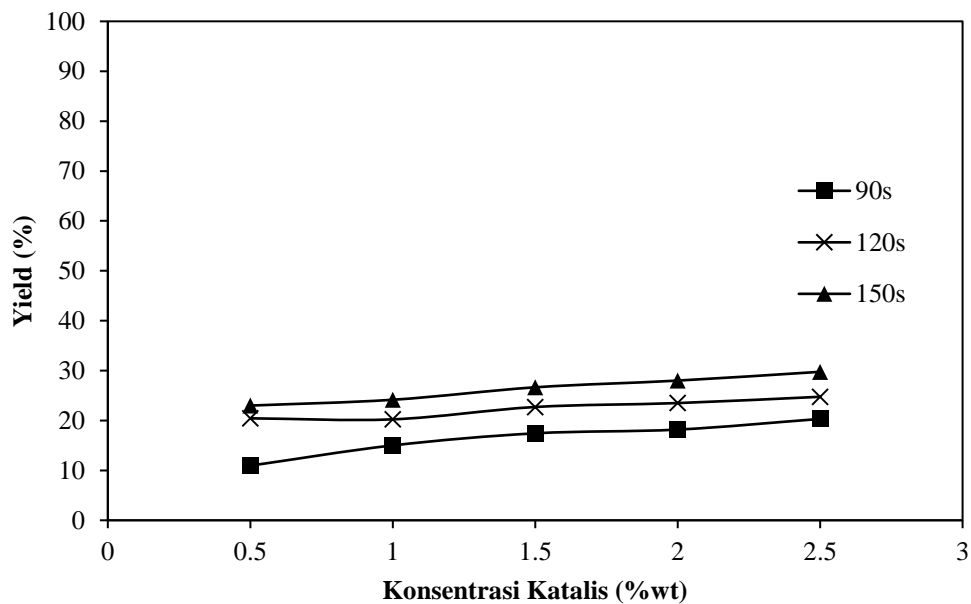
Penggunaan katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat menghasilkan yield mencapai 96% (Ebiura dkk, 2005; Alonso dkk, 2007; Zabeti, dkk, 2010; Chen dkk, 2011).

Gambar 4.8 menunjukkan bahwa pada konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 0,5% - 2,5% dengan berbagai variasi waktu dengan frekuensi ultrasonic yang digunakan adalah 20 kHz didapatkan yield produk meningkat dari 11,490% untuk konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 0,5% dan waktu reaksi 90 detik dan 27,255% untuk konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2,5% dan waktu reaksi 150 detik. Yield yang dihasilkan semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi katalis yang digunakan.



Gambar 4.8 Pengaruh konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 20 kHz

Gambar 4.9 menunjukkan bahwa pada konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 0,5% - 2,5% dengan berbagai variasi waktu dengan frekuensi ultrasonic yang digunakan adalah 40 kHz didapatkan yield produk meningkat dari 10,951% untuk konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 0,5% dan waktu reaksi 90 detik dan 29,760% untuk konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2,5% dan waktu reaksi 150 detik.



Gambar 4.9 Pengaruh konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap yield produk FAME pada waktu 90, 120 dan 150 detik dengan frekuensi 40 kHz

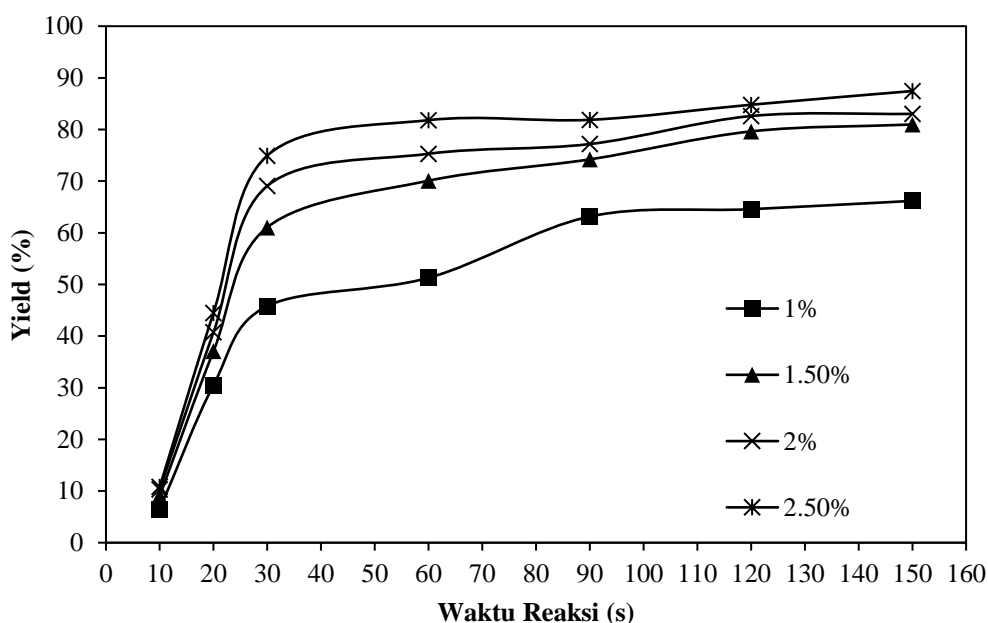
Yield yang dihasilkan semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi katalis yang digunakan. Namun dalam penelitian ini belum mendapatkan hasil yang maksimum. Hal ini dimungkinkan karena % *loading* CaO terhadap $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan konsentrasi katalis yang digunakan masih relatif kecil, sementara pada penelitian yang sudah dilakukan sebelumnya menggunakan jumlah konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 > 5\%$ dengan perbandingan molar methanol:minyak kelapa $> (9:1)$. Beberapa peneliti juga menyebutkan bahwa penggunaan katalis heterogen basa dapat menghasilkan yield tinggi bila perbandingan molar methanol:minyak kelapa yang digunakan adalah (15:1) hingga (18:1) (Zabeti, dkk, 2010; Pasupulety, dkk, 2013; Sajjadi, dkk, 2014).

4.3.3 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Yield produk FAME

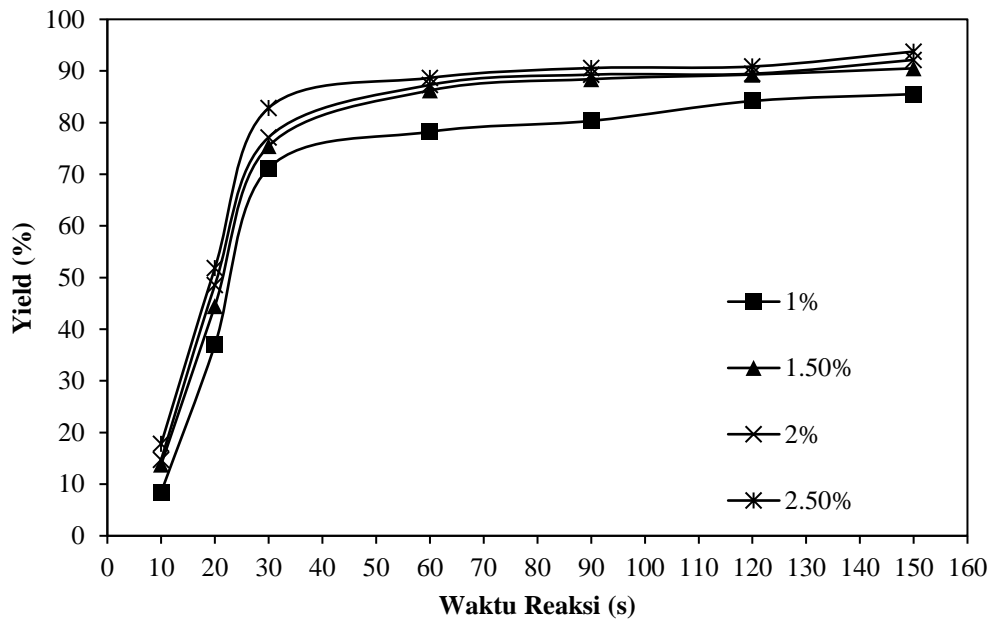
Waktu merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi, semakin lama waktu reaksi maka yield yang dihasilkan akan semakin besar. Gambar 4.10 dan gambar 4.11 menunjukkan bahwa pada konsentrasi katalis 1%, pada frekuensi 20 kHz terlihat pada saat awal reaksi pada waktu 30 detik hingga 150 detik selalu mengalami peningkatan % yield yaitu

sebesar 45,79% pada waktu 30 detik menjadi 66,17% pada 150 detik, begitu juga yang terjadi pada frekuensi 40 kHz. Sedangkan untuk konsentrasi katalis 1,5%, 2% dan 2,5% baik pada frekuensi 20 kHz maupun 40 kHz % yield yang dihasilkan mengalami kenaikan dengan bertambahnya waktu reaksi.

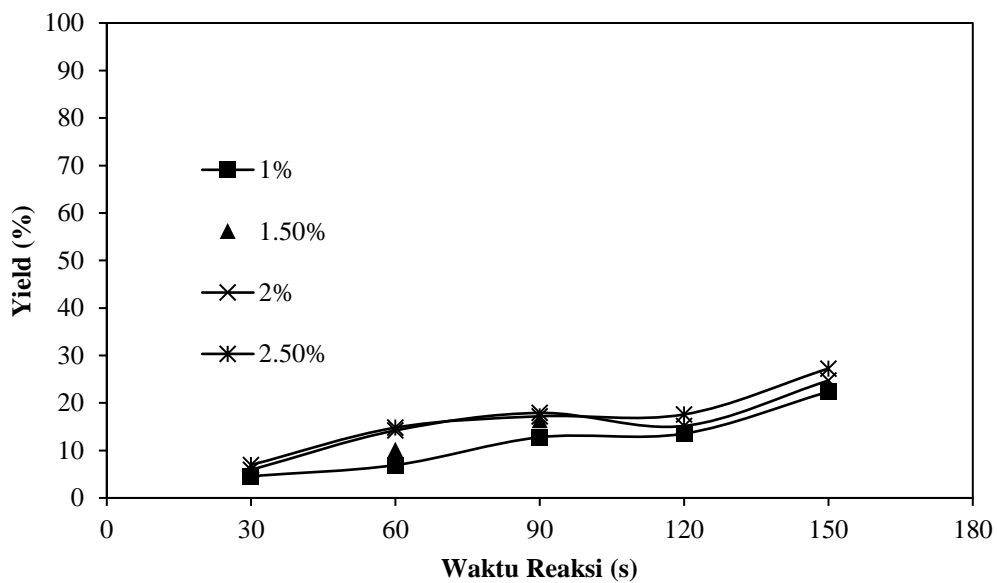
Dari gambar 4.10 dapat dilihat bahwa waktu terbaik dalam menghasilkan yield yang tinggi adalah 150 detik pada frekuensi 20 kHz diperoleh yield sebesar 87,44% sedangkan dari gambar 4.11 dapat disimpulkan waktu yang terbaik menghasilkan yield tertinggi pada 150 detik dengan frekuensi 40 kHz sebesar 93,76%. Dari gambar 4.10 dan gambar 4.11 dapat dilihat adanya peningkatan jumlah yield yang dihasilkan dengan bertambahnya waktu reaksi.



Gambar 4.10 Pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis K/ γ -Al₂O₃ pada frekuensi 20 kHz.



Gambar 4.11 Pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis K/ γ -Al₂O₃ pada frekuensi 40 kHz.

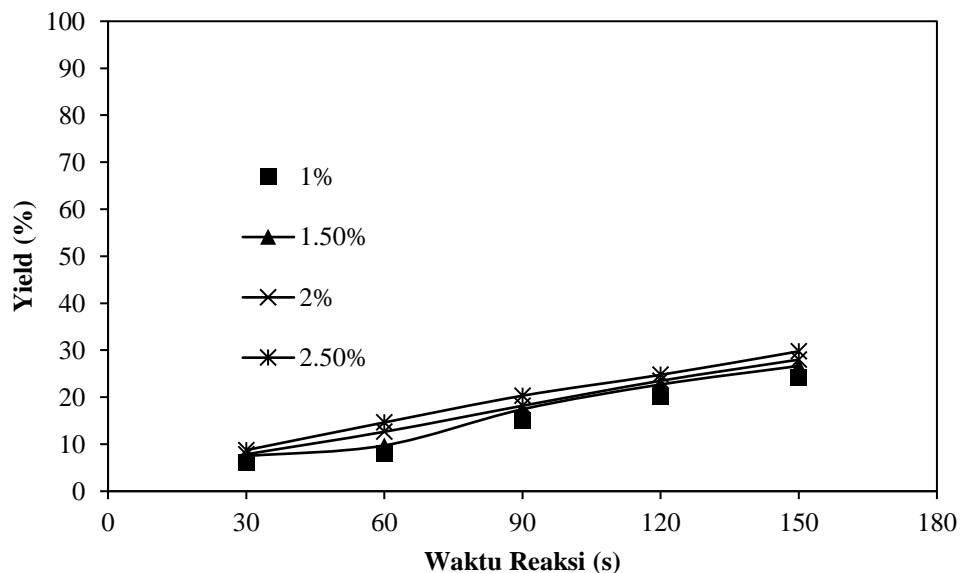


Gambar 4.12 Pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis Ca/ γ -Al₂O₃ pada frekuensi 20 kHz

Pada gambar 4.12 dapat dilihat bahwa untuk frekuensi gelombang ultrasonic 20 kHz dengan katalis Ca/ γ -Al₂O₃ 0,5% dan waktu reaksi 30 detik diperoleh yield 3,090%, yield yang dihasilkan semakin meningkat dengan bertambahnya waktu, untuk konsentrasi yang sama dengan waktu reaksi 150 detik

diperoleh yield 16,584%. Sedangkan yield terbesar diperoleh untuk konsentrasi katalis 2,5% dan waktu reaksi 150 detik sebesar 27,255%.

Sedangkan untuk frekuensi gelombang ultrasonic 40 kHz katalis Ca/ γ -Al₂O₃ 0,5% dan waktu reaksi 30 detik diperoleh yield 5,260 %, yield yang dihasilkan semakin meningkat dengan bertambahnya waktu, untuk konsentrasi yang sama dengan waktu reaksi 150 detik diperoleh yield 22,290%. Sedangkan yield terbesar diperoleh untuk konsentrasi katalis 2,5% dan waktu reaksi 150 detik sebesar 29,760%.



Gambar 4.13 Pengaruh waktu reaksi terhadap yield produk FAME dengan katalis Ca/ γ -Al₂O₃ pada frekuensi 40 kHz

Bertambahnya waktu reaksi menyebabkan adanya kenaikan suhu pada *ultrasonic cleaning bath* sehingga hal ini mempengaruhi yield yang dihasilkan pada proses transesterifikasi. *Ultrasonic cleaning bath* memberikan efek thermal yang besar ditandai dengan adanya kenaikan suhu dan kenaikan yield produk FAME yang dihasilkan. Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang mengatakan bahwa variabel waktu berpengaruh terhadap *yield* yang dihasilkan (Mahamuni dkk, 2009; Chen, dkk, 2011; Kembaryanti dkk, 2014; Islam dkk, 2014).

4.3.4 Analisis ANOVA

Untuk mengetahui variabel mana yang memiliki pengaruh yang signifikan secara statistik terhadap yield produk pada penelitian ini dilakukan analisis multifaktor ANOVA. Analisis ini juga untuk mengetahui interaksi yang signifikan antara faktor, data yang dihasilkan dari analisis ANOVA ini akan memungkinkan untuk mengidentifikasi faktor-faktor yang signifikan.

Tabel 4.3 Analisis ANOVA untuk katalis K/ γ -Al₂O₃

| <i>Source</i> | <i>Sum of Squares</i> | <i>Df</i> | <i>Mean Square</i> | <i>F-Ratio</i> | <i>P-Value</i> |
|------------------------|-----------------------|-----------|--------------------|----------------|----------------|
| MAIN EFFECTS | | | | | |
| A: Frekuensi | 1718.33 | 1 | 1718.33 | 25.92 | 0.0000 |
| B: Waktu | 36974.7 | 6 | 6162.45 | 92.95 | 0.0000 |
| C: Konsentrasi katalis | 19132.0 | 4 | 4783.01 | 72.15 | 0.0000 |
| RESIDUAL | 3845.23 | 58 | 66.2971 | | |
| TOTAL (CORRECTED) | 61670.3 | 69 | | | |

Dari tabel 4.3 dapat dilihat bahwa nilai *P-Value* untuk katalis K/ γ -Al₂O₃ masing-masing variabel bernilai 0, karena nilai *P-Value* kurang dari 0,05 maka secara statistik variabel frekuensi, waktu dan konsentrasi katalis memiliki pengaruh yang signifikan terhadap yield dengan tingkat kepercayaan 95%.

Tabel. 4.4 Analisis ANOVA untuk katalis Ca/ γ -Al₂O₃

| <i>Source</i> | <i>Sum of Squares</i> | <i>Df</i> | <i>Mean Square</i> | <i>F-Ratio</i> | <i>P-Value</i> |
|------------------------|-----------------------|-----------|--------------------|----------------|----------------|
| MAIN EFFECTS | | | | | |
| A: Frekuensi | 102.637 | 1 | 102.637 | 27.47 | 0.0000 |
| B: Waktu | 2050.34 | 4 | 512.585 | 137.18 | 0.0000 |
| C: Konsentrasi katalis | 289.776 | 4 | 72.444 | 19.39 | 0.0000 |
| RESIDUAL | 149.463 | 40 | 3.73656 | | |
| TOTAL (CORRECTED) | 2592.21 | 49 | | | |

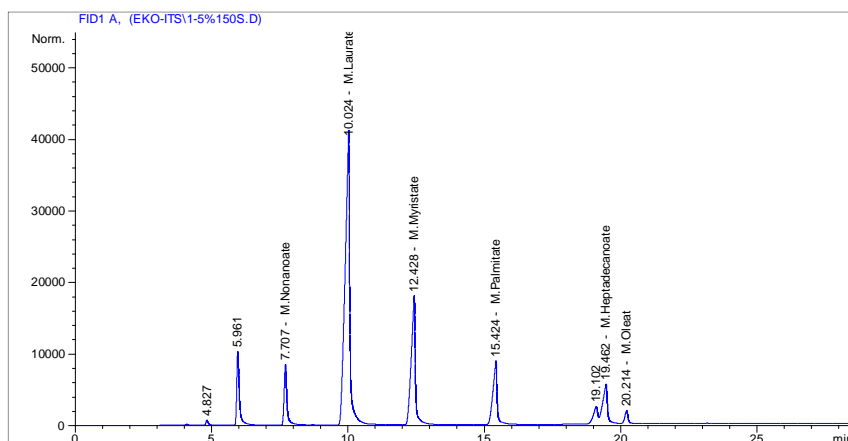
Dari tabel 4.4 dapat dilihat bahwa nilai *P-Value* untuk katalis Ca/ γ -Al₂O₃ masing-masing variabel bernilai 0, karena nilai *P-Value* kurang dari 0,05 maka secara statistik variabel frekuensi, waktu dan konsentrasi katalis memiliki pengaruh yang signifikan terhadap yield dengan tingkat kepercayaan 95%.

4.3.5 Kadar Metil Ester

Kadar metil ester dapat ditentukan dengan berbagai metode. Metode yang paling banyak digunakan adalah menggunakan analisa *Gas Chromatografi* (GC). Namun selain metode ini ada metode lain yang lebih sederhana yaitu melalui pendekatan berdasarkan hasil pengukuran viskositas kinematik dari metil ester seperti yang dilaporkan (Tesfa dkk, 2010). Pendekatan dilakukan dengan pertimbangan bahwa metil ester yang diperoleh dari hasil reaksi transesterifikasi murni mengandung metil ester. Dalam penelitian ini, peneliti mengasumsikan bahwa FAME yang diperoleh dari hasil reaksi transesterifikasi mempunyai kandungan metil ester saja, karena hasil proses transesterifikasi telah dilakukan dalam beberapa tahapan yaitu proses pemisahan, proses pemurnian dari gliserol dan methanol serta proses pemanasan selama 1 jam pada suhu 110°C untuk menghilangkan impurities yang diduga masih ada pada produk metil ester. Dengan proses pemisahan dan pemurnian ini mengindikasikan bahwa komposisi yang terkandung dalam FAME hanya mengandung metil ester dari minyak kelapa. Oleh karena itu dapat dilakukan penentuan kadar metil ester dengan pendekatan viskositas kinematik. Penurunan viskositas minyak kelapa yang cukup besar menunjukkan telah terjadinya pemutusan ikatan senyawa trigliserida menjadi asam-asam lemak dan gliserol sehingga membentuk senyawa baru yaitu metil ester. Penentuan kadar metil ester berdasarkan pendekatan viskositas kinematik yang dilakukan oleh Tesfa, dkk (2010) dengan persamaan berikut:

$$\ln(\eta_{max}) = x_1 \ln(\eta_1) + x_2 \ln(\eta_2) \quad (4.1)$$

Berdasarkan persamaan (4.1) kemudian dilakukan perhitungan kadar metil ester hasil transesterifikasi pada berbagai variabel. Pada gambar 4.14 menunjukkan hasil analisa GC produk metil ester.



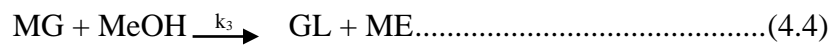
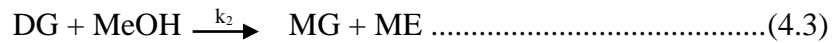
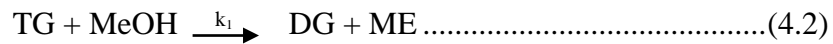
Gambar 4.14 Hasil analisa GC metil ester dengan katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2,5% frekuensi 40 kHz pada waktu 150 detik.

Salah satu contoh perhitungan kadar metil ester hasil transesterifikasi pada variabel katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 1,5% dengan frekuensi 40 kHz dan waktu reaksi 150 detik. Hasil pengukuran diperoleh viskositas kinematik 4,030 cSt dengan kadar metil ester sebesar 93,76%. Jika pengukuran dilakukan dengan metode analisa GC pada sampel seperti terlihat pada gambar 4.14 diperoleh kadar metil ester 93,12%. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan oleh Tesfa dkk (2010) dapat digunakan untuk menentukan kadar metil ester hasil reaksi transesterifikasi dari minyak kelapa karena hasil yang diperoleh tidak jauh berbeda. Hasil perhitungan kadar metil ester selengkapnya dapat dilihat pada Appendix B. Sedangkan hasil analisa gas kromatografi (GC) dari beberapa sampel percobaan dapat dilihat pada lampiran C.

4.3.6 Kinetika Reaksi

Transesterifikasi adalah reaksi reaksi trigliserida (TG) dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti methanol (MeOH) menghasilkan FAME dan gliserol sebagai produk samping. Secara teoritis reaksi transesterifikasi adalah reaksi *reversible* dengan mekanisme cukup kompleks. Sehingga dalam melakukan pemodelan perhitungan kinetika reaksi diambil beberapa asumsi, antara lain:

1. Reaksi terjadi satu arah (ke kanan), karena dalam proses transesterifikasi menggunakan methanol dalam jumlah berlebih. Mekanisme reaksi terdiri dari 3 tahap reaksi yaitu:



Pada setiap tahap reaksi, setiap satu molekul methanol menghasilkan satu molekul metil ester (ME).

2. Reaksi adalah isothermal karena perubahan suhu yang terjadi saat reaksi tidak signifikan.
3. Produk akhir yang diharapkan adalah FAME, maka pada perhitungan digunakan model persamaan reaksi yang lebih sederhana sebagaimana telah diusulkan oleh Kusdiana dan Saka (2000) yaitu dengan mengabaikan produk antara (*intermediate products*) digliserida dan monogliserida, sehingga mekanisme reaksinya dapat disederhanakan menjadi satu tahap reaksi tidak dapat balik (*irreversible reaction*):



$$-r_{\text{TG}} = -\frac{dC_{\text{TG}}}{dt} = k \cdot C_{\text{TG}} \dots\dots\dots (4.6)$$

$$\text{Dimana, } k = k_1 \cdot C_{\text{MeOH}}^3 \dots\dots\dots (4.7)$$

$$-\int_{C_{\text{TGo}}}^{C_{\text{TG}}} \frac{dC_{\text{TG}}}{C_{\text{TG}}} = k \int_0^t dt \dots\dots\dots (4.8)$$

$$C_{\text{TG}} = C_{\text{TGo}} (1 - X_{\text{TG}}) \dots\dots\dots (4.9)$$

Dengan mensubstitusikan persamaan (4.9) ke dalam persamaan (4.8) maka didapatkan:

$$\int_0^t \frac{dx}{1 - X_{\text{TG}}} = k \cdot t \dots\dots\dots (4.10)$$

Dengan mengintegralkan persamaan (4.10) diperoleh persamaan:

$$-\ln(1 - X_{\text{TG}}) = k \cdot t \dots\dots\dots (4.11)$$

Dimana k adalah konstanta kinetika reaksi kimia (menit^{-1}) yang diperoleh dari slope $-\ln(1-X_{TG})$ Vs t , X adalah konversi minyak kelapa (trigliserida) dan t adalah waktu reaksi (menit). Jika persamaan (4.11) diplot merupakan garis lurus maka reaksi transesterifikasi merupakan orde satu semu (Jain dkk, 2010; Vujicic dkk, 2010; Pasupulety dkk, 2013).

Untuk perhitungan konstanta laju reaksi dengan menggunakan katalis basa padat $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada reaksi transesterifikasi dapat menggunakan perhitungan laju reaksi overall pada suhu yang berbeda (Pasupulety, N, 2013). Dengan menggunakan methanol berlebih dalam reaksi transesterifikasi dapat diasumsikan bahwa reaksi adalah orde satu semu. Dimana konstanta laju reaksi dapat menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$k = -\frac{\ln(1-\eta)}{t} \dots\dots\dots (4.12)$$

dimana: k = konstanta laju reaksi untuk orde reaksi satu semu
 t = waktu reaksi
 η = yield (%) produk

Untuk mengetahui nilai energi aktivasi yang dibutuhkan pada reaksi transesterifikasi Freedman menurunkan dari persamaan Arrhenius, dimana konstanta reaksi didapatkan sebagai fungsi dari temperature proses. Persamaan Arrhenius dapat dituliskan sebagai berikut:

$$k = A e^{\left(-\frac{Ea}{RT}\right)} \dots\dots\dots (4.13)$$

Jika dari persamaan (2.10) ruas kanan dan ruas kiri diambil, maka nilai logaritmanya akan menghasilkan persamaan linier dengan konstanta kurva adalah $\ln A$ dan gradient kurva $-\frac{Ea}{R}$, dimana k merupakan fungsi dari $\frac{1}{T}$. Pada konstanta laju reaksi transesterifikasi diukur dengan temperature tertentu, menggunakan pendekatan reaksi orde satu dengan persamaan $\ln C = -kt + \ln C_0$. Sehingga, penentuan energi aktivasi (Ea) dilakukan dengan menggunakan persamaan Arrhenius yang merupakan gradient (slope) grafik antara k dengan $(1/T)$ (Vujicic

dkk, 2010; Sajjadi dkk, 2014). Persamaan Arrhenius sebagai penentu energi aktivasi (E_a) dapat dituliskan pada persamaan dibawah ini:

$$k = A e^{\left(-\frac{E_a}{RT}\right)} \dots\dots\dots (4.14)$$

$$\ln k = \ln A - \frac{E_a}{RT} \dots\dots\dots (4.15)$$

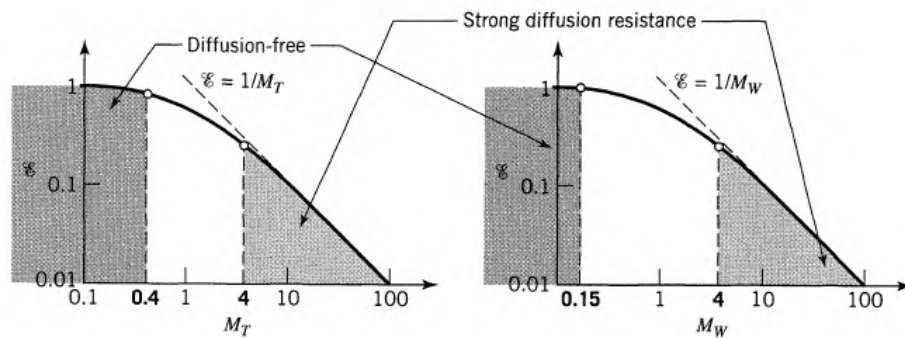
$$\ln k = -\frac{E_a}{RT} + \ln A \dots\dots\dots (4.16)$$

$$Y = a x + b \dots\dots\dots (4.17)$$

Untuk konsentrasi yang sama tetapi hanya memiliki 2 variasi suhu yang berbeda, Arrhenius (Levenspiel, 1999) memberikan persamaan:

$$\ln \frac{k_2}{k_1} = \frac{E}{R} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right) \dots\dots\dots (4.18)$$

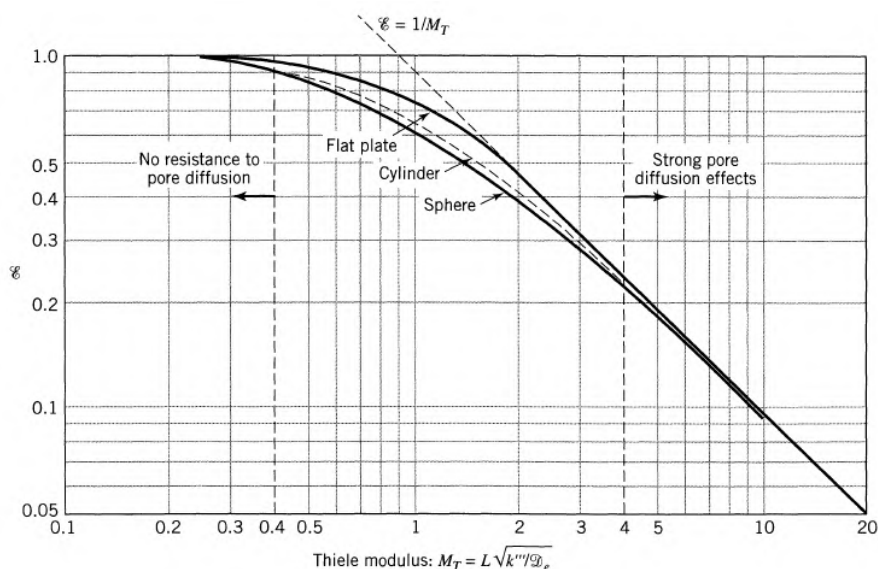
Untuk reaksi transesterifikasi dengan katalisator padat dapat didekati dengan model reaksi pseudo homogen dengan mengasumsi tahapan perpindahan massa dan tahanan difusi internal katalisator diabaikan, hal ini disebabkan karena ukuran katalis heterogen padat yang digunakan berukuran sangat halus dan bukan berupa pellet (Rustamaji dkk, 2010; Chen dkk, 2011; Pasupulety dkk, 2013). Untuk dapat mengetahui bagaimana *pori resistance* memberikan pengaruh terhadap laju dapat dievaluasi dengan perhitungan M_T atau M_W . Untuk padatan yang sangat halus bebas dari *pori resistensi difusi*.



Gambar 4.15 Batasan yang dapat diabaikan dan resistensi difusi pori yang kuat (Levenspiel, 1999)

Perhitungan kinetika reaksi transesterifikasi untuk minyak kelapa yang dilakukan dalam reactor *batch* menggunakan pemanasan gelombang ultrasonic dengan katalis heterogen $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, dengan KOH dan CaO sebagai komponen aktif dengan support $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Dengan asumsi reaksi kimia

yang mengontrol, karena katalis yang digunakan berbentuk powder dengan ukuran partikel yang sangat kecil 2,764 μm untuk katalis K/ γ -Al₂O₃ dan 2,914 μm untuk katalis Ca/ γ -Al₂O₃. Dengan karakteristik tersebut *modulus Thiele* menjadi sangat kecil atau dengan kata lain system berada pada kondisi difusi yang sangat kuat (*strong diffusion*).



Gambar 4.16 *effectiveness factor versus M_T untuk porous pada berbagai Bentuk* (Levenspiel, 1999)

Hasil perhitungan harga ϕ untuk katalis K/ γ -Al₂O₃ 0,01075 dan Ca/ γ -Al₂O₃ 0,004098 hal ini menunjukkan bahwa nilai ϕ kedua katalis tersebut <0,4 yang berarti bahwa tahanan difusi dapat diabaikan dan yang mengontrol adalah reaksi kimia (Singh dkk, 2007; Lucic dkk, 2009; Chen dkk, 2011; Pasupulety dkk, 2013).

Perhitungan *Modulus Thiele* untuk partikel katalis berbentuk bulat (*spherical*) dapat digunakan untuk menentukan resistensi terhadap difusi TG dalam struktur partikel katalis berpori (Levenspiel, 1999), perhitungannya menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\phi = \frac{R_p}{3} \sqrt{\frac{k}{D_{eff}}} \dots\dots\dots (4.19)$$

dimana: R_p = jari-jari partikel
 k = konstanta laju reaksi untuk orde reaksi satu semu

D_{eff} = koefisien difusi efektif dari Trigliserida

Nilai dari rata-rata ukuran partikel dapat dihitung mulai dari 250 μm dan koefisien efektif difusi dapat dihitung sesuai dengan difusivitas molekul dan struktur pori menurut persamaan (Seader and Henley, 2006) berikut:

$$D_{eff} = \frac{D\varepsilon_p}{\tau_p} \dots\dots\dots(4.20)$$

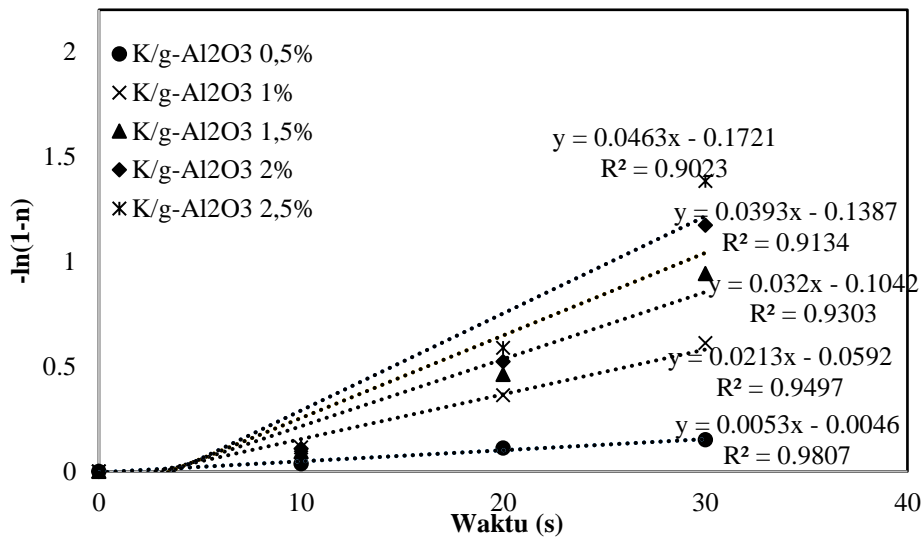
dimana: D = koefisien difusi molekular
 ε_p = porositas partikel
 τ_p = tortuosity parameter

Untuk system trigliserida/methanol, nilai koefisien difusi molekular dapat dihitung dengan persamaan Wilke dan Chang (Polling, dkk, 2004) dengan korelasi $7,8 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$. Untuk bahan yang berbeda, nilai ε_p adalah antara 0,3 dan 0,8 (Aris, 1965, p.127) dan nilai τ_p adalah antara 1,4 sampai dengan yang tertinggi 12 (Carberry, 1976). Nilai k_r dihitung untuk mengetahui pengaruh dari diameter pori (d_p) yang menyebabkan molekul bertabrakan dan menyebar pada dinding pori, ketika diameter rasio molekul pori berlebih sekitar 0,01 (Seader and Henly, 2006):

$$k_r = \left[1 - \frac{d_m}{d_p}\right]^4, \frac{d_m}{d_p} \leq 1 \dots\dots\dots(4.21)$$

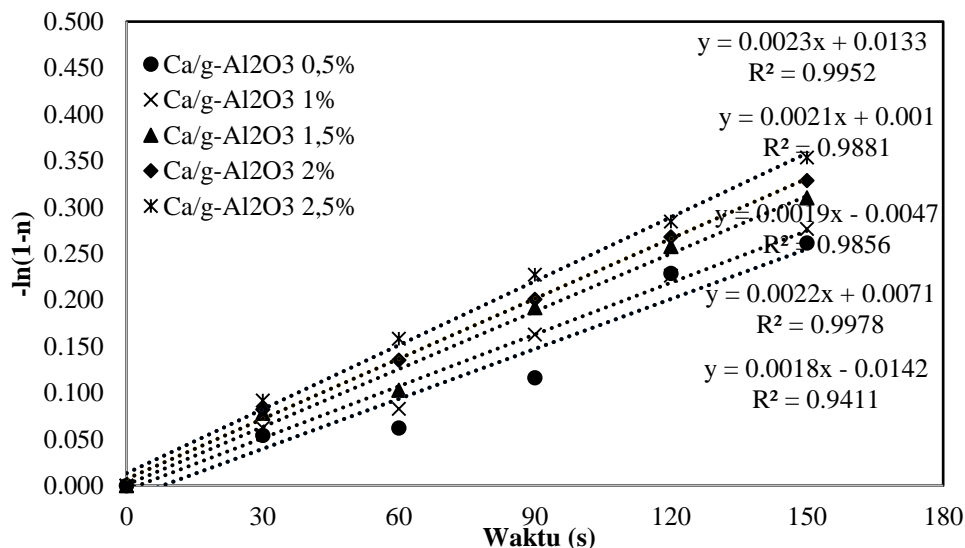
dimana: k_r = faktor pembatas
 d_m = diameter molekul
 d_p = diameter pori

Perhitungan kinetika kimia untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa dengan pelarut methanol menggunakan gelombang ultrasonic dilakukan berdasarkan data-data eksperimen dengan variasi waktu 10 – 150 detik untuk penggunaan katalis $\text{K}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan 30 – 150 detik untuk katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, konsentrasi katalis 2,5 % dan perbandingan molar minyak terhadap methanol (1:9).



Gambar 4.17 Plot t (detik) versus $-\ln(1-\eta)$ untuk reaksi transesterifikasi Minyak kelapa menggunakan katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam reactor batch menggunakan pemanasan gelombang ultrasonic.

Nilai konstanta kecepatan reaksi ditentukan menggunakan persamaan (4.11). Dengan melakukan plotting t versus $-\ln(1-\eta)$, sesuai dengan gambar 4.17 dan gambar 4.18 didapat harga k pada berbagai temperature seperti terlihat pada Tabel 4.2.



Gambar 4.18 Plot t (detik) versus $-\ln(1-\eta)$ untuk reaksi transesterifikasi Minyak kelapa menggunakan katalis $Ca/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam reactor batch menggunakan pemanasan gelombang ultrasonic.

Dari hasil plot t versus $-\ln(1-\eta)$ pada gambar 4.16 dan 4.17 semua fungsi adalah garis lurus. Untuk menentukan linearitas garis digunakan metode regresi linear dengan harga koefisien determinasi (R^2) sebagai tolak ukur. Harga R^2 yang didapat untuk semua fungsi mendekati 1 ($>0,9$), sehingga dapat disimpulkan bahwa asumsi orde satu adalah benar.

Tabel 4.5 Nilai k menggunakan katalis K/ γ -Al₂O₃

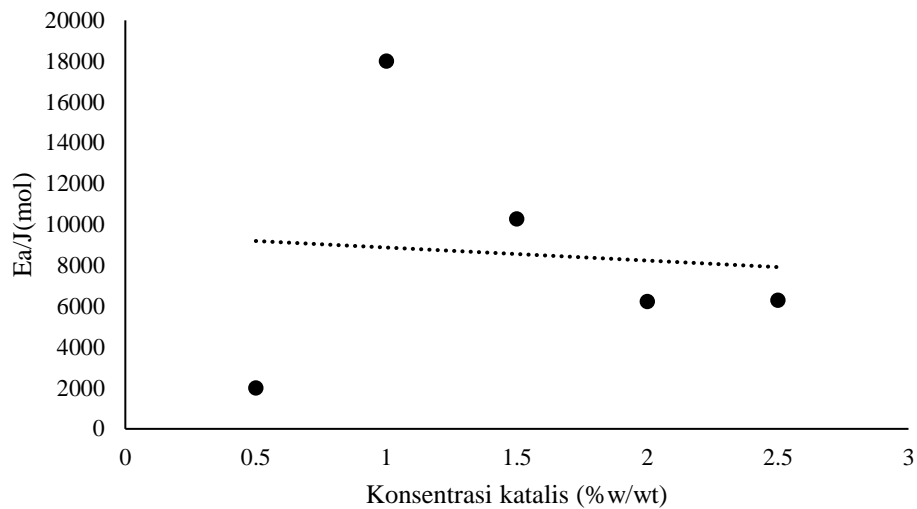
| T (°C) | Nilai k | | | | |
|--------|---|---|---|---|---|
| | K/ γ -Al ₂ O ₃ (0,5%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (1%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (1,5%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (2%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 57 | 0.0053 | 0.0213 | 0.032 | 0.0393 | 0.0463 |
| 58 | 0.0057 | 0.0410 | 0.0465 | 0.0493 | 0.0582 |

Tabel 4.6 Nilai k menggunakan katalis Ca/ γ -Al₂O₃

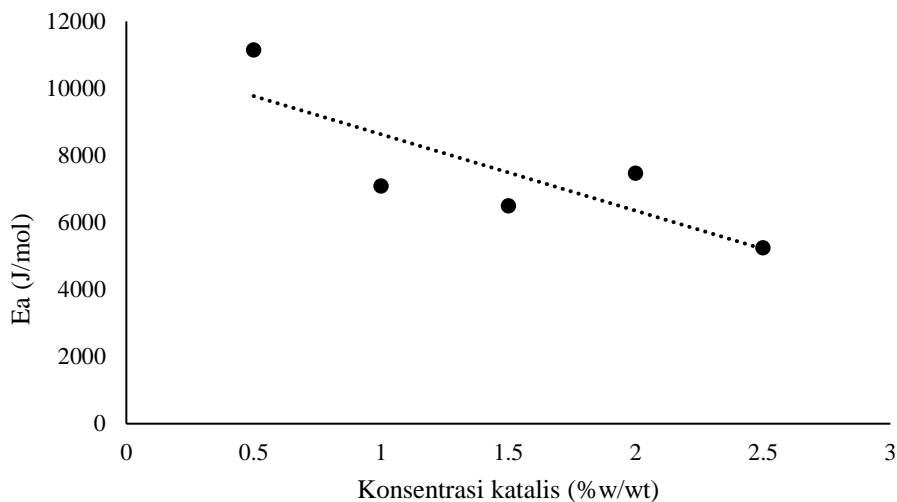
| T (°C) | Nilai k | | | | |
|--------|--|--|--|--|--|
| | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (0,5%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (1%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (1,5%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (2%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 57 | 0.0012 | 0.0017 | 0.0015 | 0.0016 | 0.0019 |
| 58 | 0.0018 | 0.0022 | 0.0019 | 0.0021 | 0.0023 |

Tabel 4.3 dan tabel 4.4 menunjukkan harga k untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa dengan menggunakan katalis heterogen basa K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ menunjukkan bahwa dengan meningkatnya suhu reaksi, harga k yang dihasilkan juga semakin meningkat. Kenaikan nilai k yang terjadi pada katalis Ca/ γ -Al₂O₃ tidak sebesar seperti pada penggunaan katalis K/ γ -Al₂O₃. Hal ini sesuai dengan hasil uji XRD yang menunjukkan bahwa puncak-puncak Kristal pada sudut 2θ untuk katalis K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ terbentuk, sehingga dapat meningkatkan aktivitas dari katalis (Xie dan Li, 2006; Kim, dkk, 2004). Peningkatan aktivitas katalis K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ dapat dilihat dari yiel (%) produk yang diperoleh.

Data pada tabel 4.2 dan tabel 4.3 kemudian digunakan untuk menghitung energi aktivasi dengan menggunakan persamaan (4.10). Hasil perhitungan kemudian di buat grafik untuk mengetahui trend dari energi aktivasi untuk masing-masing konsentrasi katalis.



Gambar 4.19 Hubungan antara konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ dengan energi aktivasi



Gambar 4.20 Hubungan antara konsentrasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃ dengan energi aktivasi

Gambar 4.19 dan 4.20 menunjukkan bahwa energi aktivasi yang dihasilkan mengalami penurunan berbanding terbalik dengan konsentrasi katalis yang digunakan. Semakin tinggi konsentrasi katalis yang digunakan, nilai aktivasi yang dihasilkan semakin kecil. Untuk katalis K/ γ -Al₂O₃ dengan konsentrasi 2,5% energi aktivasi yang diperoleh adalah 6.287 J/mol, sedangkan untuk katalis Ca/ γ -Al₂O₃ dengan konsentrasi 2,5% diperoleh energi aktivasi 5.251 J/mol.

Dari semua pembahasan menjelaskan antara teori faktor-faktor yang mempengaruhi laju reaksi, yaitu: konsentrasi katalis, suhu dan permukaan katalis. Semakin meningkatnya konsentrasi katalis yang digunakan, maka molekul yang tersusun akan lebih rapat sehingga mudah terjadi tumbukan dan laju reaksi akan semakin besar. Semakin tinggi suhu yang digunakan, molekul akan bergerak semakin cepat sehingga energy kinetic bertambah sehingga menyebabkan energy aktivasi cepat terlampaui dan laju reaksi akan semakin cepat. Semakin kecil ukuran partikel dalam jumlah massa yang sama, maka luas bidang kontakannya semakin besar dan semakin besar luas permukaan pereaksi maka laju reaksi akan semakin besar (Freedman, B., dkk, 1985; Lucic, dkk., 2009; Chen, Y.H., dkk, 2011; Nurhidayanti, 2016).

4.3.7 Karakteristik Kualitas Produk FAME

Karakteristik kualitas produk FAME hasil dari proses transesterifikasi dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 4.7 Karakteristik Kualitas FAME menggunakan katalis K/ γ -Al₂O₃

| No | Parameter Pengujian | Metode Uji | Hasil | SNI 04-7182-2006 |
|----|-------------------------------|-------------|--------|------------------|
| 1. | Densitas (g/cm ³) | ASTM D 4052 | 0.8868 | 0.85 – 0.89 |
| 2. | Viscositas Kinematik (cSt) | ASTM D 445 | 4.010 | 2.3 – 6.0 |
| 3. | Titik Nyala (°C) | ASTM D 93 | 112 | Min 100 |
| 4. | Titik Tuang (°C) | ASTM D 97 | -3 | Min 18 |

Dari tabel 4.7 dan 4.8 dapat dilihat bahwa karakteristik FAME yang dihasilkan memenuhi standar mutu FAME Indonesia dengan menggunakan katalis K/ γ -Al₂O₃. Sedangkan untuk katalis Ca/ γ -Al₂O₃ karakteristik produk yang dihasilkan belum memenuhi standar mutu FAME Indonesia.

Tabel 4.8 Karakteristik Kualitas FAME menggunakan katalis Ca/ γ -Al₂O₃

| No | Parameter Pengujian | Metode Uji | Hasil | SNI 04-7182-2006 |
|----|-------------------------------|-------------|--------|------------------|
| 1. | Densitas (g/cm ³) | ASTM D 4052 | >0.890 | 0.85 – 0.89 |
| 2. | Viscositas Kinematik (cSt) | ASTM D 445 | > 6.0 | 2.3 – 6.0 |
| 3. | Titik Nyala (°C) | ASTM D 93 | - | Min 100 |
| 4. | Titik Tuang (°C) | ASTM D 97 | - | Min 18 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

APPENDIKS A

A.1. Spesifikasi peralatan analisa Gas Chromatography (GC)

Instrument GC memungkinkan untuk memisahkan molekul-molekul dari suatu campuran, dimana hal ini tidak mungkin dipisahkan dengan cara-cara lain. Karena sensitivitasnya yang tinggi maka hanya diperlukan sejumlah kecil cuplikan (microliter). Instrument GC ini biasa digunakan untuk analisis kualitatif senyawa organik yang pada umumnya bersifat dapat diuapkan. Minyak maupun campuran metil ester hasil transesterifikasi minyak nabati dapat dianalisis dengan gas kromatografi. Pemisahan yang dihasilkan dari setiap jenis senyawa yang dianalisis bersifat khas untuk tiap senyawa. Pemisahan komponen-komponen dari cuplikan terjadi diantara gas pengangkut dan fasa cair. Analisa dengan instrument GC digunakan untuk mengetahui jenis senyawa yang terkandung didalam suatu sampel dan analisis ini menghasilkan puncak-puncak spectra yang masing-masing menunjukkan jenis kandungan suatu sampel secara spesifik. Proses analisa dilakukan dengan gas kromatografi dilengkapi dengan FID (*flame ionization detector*) dengan tipe: GC-6890. Kolom kapiler (*Capillary column*) yang digunakan dengan *model number*: Agilent 19095N-123 dengan HP-INNOWAX dengan suhu maksimal 240°C, panjang nominal 30m, diameter nominal 530µm, *nominal film thickness*: 1 µm, dengan laju alir awal 2 ml/min pada *nominal inlet pressure* 2,37 psi dan kecepatan rata-rata 19 cm/detik. Suhu awal pada oven 140°C dan waktu awal pada oven 2 menit. Suhu maksimal pada oven 250°C dan waktu kesetimbangan 1 menit. Suhu *posting* 50°C dengan *wakturunning* 29,33 menit. Suhu awal pada *front inlet* adalah 250°C dengan tekanan 3,31 psi dan *split ratio* adalah (10:1). Untuk *back inlet* menggunakan *split flow* 28,8 ml/min, *total flow* 34,1 ml/min dan tipe gas yang digunakan adalah helium. Identifikasi *peaks* berdasarkan retensitas waktu (*retention time*) dari perbandingan analisa standar *authentic* pada kondisi yang sama.

Table A.1 Kondisi Operasi pada analisa gas kromatografi (GC) dengan *Front Detector* (FID) dan *Back Detector* (TCD)

| <i>Front Detector</i> (FID) | <i>Back Detector</i> (TCD) |
|---|---|
| Suhu : 250°C Aliran gas hydrogen : 40 ml/menit Aliran udara : 400 ml/menit Mode : <i>constant makeup flow</i> Make-up flow : 75 ml/menit Tipe make-up gas : Helium | Suhu : 250°C Reference flow : 20 ml/menit Mode : <i>constant makeup flow</i> Make-up flow : 75 ml/menit Tipe make-up gas : Helium |

A.2. Prosedur Analisa

A.2.1 GC (Gas Chromatography) di Universitas Surabaya

Prosedur:

A. Penentuan sampel FAME

1. Menimbang sampel FAME (gram)
2. Menimbang *benzyl alcohol* sebagai pembanding (gram)
3. Menganalisa dengan GC
4. Menganalisa hasil GC untuk menentukan kadar FAME (% w/w)

B. Kondisi Operasi

1. Nama Alat : HP-6890
2. Kolom : OV-17
3. Gas pembawa : Helium
4. Kecepatan : 28,8 ml/min
5. *Initial temperature* (°C) : 140
6. *Initial time* (menit) : 2
7. *Rate* (DEG/menit) : 19
8. *Final temperature* (°C) : 250
9. *Detector* : FID

APPENDIKS B

B.1 Analisa kandungan asam lemak dari minyak kelapa menggunakan Gas Kromatografi (GC).

Proses analisa dilakukan dengan gas kromatografi (GC) yang dilengkapi dengan FID (*flame ionization detector*) dengan tipe: GC-6890. Kolom kapiler (*Capillary column*) yang digunakan dengan *model number*: Agilent 19095N-123 dengan HP-INNOWAX. Prosedur analisa minyak kelapa dengan menggunakan metode gas kromatografi (GC) adalah dengan melarutkan minyak dalam 300 μm n-hexane dan 100 μm larutan standar, kemudian sampel diinjeksikan kedalam alat GC untuk dianalisa dengan suhu maksimal pada oven 240°C, panjang kolom 30 m, diameter kolom 530 μm , *nominal film thickness* : 1 μm , dengan laju alir awal 2 ml/min pada *nominal inlet pressure* 2,37 psi dan kecepatan rata-rata 19 cm/detik. Suhu awal pada oven 140°C dan waktu awal pada oven adalah 2 menit. Suhu maksimal pada oven 250°C dan waktu kesetimbangan 1 menit. *Suhuposting* 50°C dengan waktu *running* 29,33 menit. Suhu awal pada *front inlet* adalah 250°C dengan tekanan 3,31 psi dan *split ratio* adalah (10:1). Untuk *back inlet* menggunakan *split flow* 28,8 ml/min, *total flow* 34,1 ml/min dan tipe gas yang digunakan adalah helium. Identifikasi *peaks* berdasarkan retensitas waktu (*retention time*) dari perbandingan analisa standar *authentic* pada kondisi yang sama.

Table B.1 Hasil analisa kandungan asam lemak dari Minyak Kelapa dengan metode Gas Kromatografi (GC)

| Asam lemak | Rumus molekul | BM (gr/mol) | Jumlah asam lemak (mg/L) | Kandungan asam lemak (%) |
|----------------|---|-------------|--------------------------|--------------------------|
| Asam heksanoat | $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{COOH}$ | 116,16 | 1157,10499 | 0,672 |
| Asam oktanoat | $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{COOH}$ | 144,214 | 12998,5 | 7,549 |
| Asam laurat | $\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{COOH}$ | 200,322 | 70447,9 | 40,914 |
| Asam miristat | $\text{C}_{13}\text{H}_{27}\text{COOH}$ | 228,376 | 37447,9 | 22,025 |
| Asam palmitat | $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOH}$ | 256,43 | 23459,5 | 13,625 |
| Asam stearate | $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$ | 284,484 | 1096,94699 | 0,637 |
| Asam oleat | $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOH}$ | 282,468 | 16347,5 | 9,494 |
| Asam linoleat | $\text{C}_{17}\text{H}_{31}\text{COOH}$ | 280,452 | 8753,38182 | 5,084 |
| Jumlah | | | 172185,4338 | 100 |

Dari hasil analisa GC minyak kelapa yaitu asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh dapat digunakan untuk menghitung berat molekul minyak kelapa (Da Silva, dkk, 2009):

$$Mw_{triglicerida} = 3 Mw_{fatty\ acid} + Mw_{gliserol} - 3 Mw_{gugushidroksil}$$

Dimana, $Mw_{triglicerida}$ adalah berat molekul trigliserida dari minyak, $Mw_{fatty\ acid}$ adalah berat molekul rata-rata dari asam lemak bebas, $Mw_{gliserol}$ adalah berat molekul gliserol dan $Mw_{gugushidroksil}$ adalah berat molekul gugus hidroksil dari gliserol. Berat molekul asam lemak rata-rata dalam minyak kelapa adalah 214,6264 gr/mol, sehingga berat molekul total asam lemak dalam minyak kelapa adalah 643,879 gr/mol. Berat molekul gliserol adalah 92,094 gr/mol dan berat molekul air adalah 51 gr/mol. Maka didapatkan berat molekul trigliserida adalah 684,973 gr/mol yang merupakan berat molekul minyak.

B.2 Perhitungan % FFA Minyak Kelapa

$$\% \text{ FFA} = \frac{V_{KOH} \times M_{KOH} \times BM_{As.Lemak}}{m.sampel \times 1000} \times 100\%$$

Dimana:

V_{KOH} = Volume KOH yang dibutuhkan untuk titrasi (ml)

M_{KOH} = Molaritas KOH (N)

BM_{KOH} = BeratMolekul KOH

M_{sampel} = massa sampel (gram)

%FFA pada minyak kelapa adalah:

Konsentrasi KOH (N) = 0,05

BM rata-rata minyak kelapa g/gmol = 214

Volume KOH yang dibutuhkan (ml) = 0,7

Massa sampel (gr) = 5

$$\begin{aligned} \% \text{ FFA} &= \frac{0,7 \times 0,05 \times 214}{5 \times 1000} \times 100 \% \\ &= 0,1498 \end{aligned}$$

B.3 Perhitungan Ratio Molar Minyak-Metanol

Minyak Kelapa:

Berat Molekul = 684,973 gr/grmol

$$\rho \text{ Minyak Kelapa} = 0,913 \text{ gr/ml}$$

Metanol:

$$\text{Berat Molekul} = 32 \text{ gr/grmol}$$

$$\rho \text{ Metanol} = 0,792 \text{ gr/ml}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Minyak Kelapa} &= (\text{Vol Minyak} \times \rho) / \text{BM Minyak Kelapa} \\ &= 0,0666 \text{ mol (50 ml minyak kelapa)} \end{aligned}$$

Untuk ratio 1 : 9 (Mol minyak kelapa : Metanol)

$$\begin{aligned} \text{Mol Metanol} &= \text{Mol Minyak Kelapa} \times 9 \\ &= 0,0666 \times 9 = 0,64 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Metanol} &= (\text{Mol methanol} \times \text{BM Metanol}) / \rho \text{Metanol} \\ &= (0,60 \times 32) / 0,792 = 24,2 \text{ ml} \end{aligned}$$

B.4 Perhitungan Jumlah Katalis K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ Terhadap Minyak Kelapa

Dalam penelitian ini menggunakan konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ (% w/w) : 0,5 ; 1 ; 1,5 ; 2 dan 2,5 dengan volume minyak kelapa 50 ml

$$\begin{aligned} \text{Massa minyak kelapa} &= \rho \text{ Minyak kelapa} \times \text{Volume} \\ &= 0,913 \text{ gr/ml} \times 50 \text{ ml} = 45,65 \text{ gr} \end{aligned}$$

Massa katalis K/ γ -Al₂O₃ dan Ca/ γ -Al₂O₃ = % katalis x massa minyak kelapa

$$\text{Massa katalis (0,5\%)} = 0,5 \% \times 45,65 \text{ gr} = 0,2283 \text{ gr}$$

$$\text{Massa katalis (1\%)} = 1 \% \times 45,65 \text{ gr} = 0,4565 \text{ gr}$$

$$\text{Massa katalis (1,5\%)} = 1,5 \% \times 45,65 \text{ gr} = 0,6848 \text{ gr}$$

$$\text{Massa katalis (2\%)} = 2 \% \times 45,65 \text{ gr} = 0,9130 \text{ gr}$$

$$\text{Massa katalis (2,5\%)} = 2,5 \% \times 45,65 \text{ gr} = 1,1413 \text{ gr}$$

B.5 Perhitungan Katalis untuk 20% berat loading KOH dengan support γ -Al₂O₃

Basis : 10 gram γ -Al₂O₃

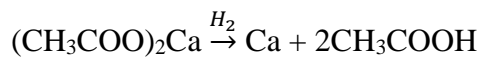
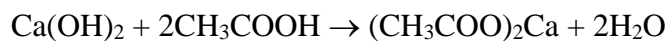
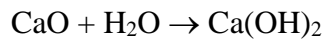
Kebutuhan KOH = 20% x 10 gram = 2 gram

$$\text{Massa KOH} = \frac{\text{BM KOH} \times \text{Keb KOH}}{\text{BM K}}$$

$$= \frac{56 \frac{g}{mol} \times 2 g}{39 g/mol}$$

$$= 2,872 \text{ gr}$$

B.6 Perhitungan Katalis untuk 25% berat loading CaO dengan support γ - Al_2O_3



Basis : 10 gram γ - Al_2O_3

Kebutuhan CaO = 25% x 10 gram = 2,5 gr

$$\text{Mol Ca} = \frac{\text{massa Ca}}{\text{BM Ca}}$$

$$= \frac{2,5 \text{ gr}}{40 \text{ gr/mol}} = 0,0625 \text{ mol}$$

Mol Ca = mol $(CH_3COO)_2Ca$ = mol $Ca(OH)_2$ = mol CaO

Maka, massa CaO = mol CaO x BM CaO

$$= 0,0625 \text{ mol} \times 56 \text{ g/mol}$$

$$= 3,5 \text{ gram}$$

Kebutuhan CH_3COOH = 2 x 0,05mol

$$= 0,1 \text{ mol}$$

Volume CH_3COOH = $\frac{n \text{ } CH_3COOH \times BM \text{ } CH_3COOH}{\text{densitas}}$

$$= \frac{0,1 \times 60}{1,049}$$

$$= 5,72 \text{ ml}$$

B.7 Analisa Produk

Menganalisa FAME yang diperoleh untuk mengetahui kualitas FAME dengan parameter uji sebagai berikut:

1. Densitas
2. Viskositas
3. *Yield Methyl Ester*
4. *Analisa Flash Point*

5. Analisa *Pour Point*

1. Analisa Densitas, yaitu:

- Peralatan
 - Piknometer 2 ml
 - Neraca analitik
 - Pipet mata
- Pelaksanaan
 - Menimbang massa piknometer kosong dan mencatat beratnya sebagai massa pikno, kemudian memasukkan sampel FAME dalam piknometer dan menutup piknometer sampai penuh.
 - Membersihkan sisa tumpahan sampel yang ada dibagian luar piknometer dan menimbang piknometer + sampel, kemudian mencatat hasil penimbangan tersebut sebagai massa jenis sampel.
 - Menghitung selisih antara massa keduanya dan mencatat hasil analisa densitas: densitas pada 40°C, ASTM D-1298, dengan satuan gram/cm³.

- Penghitungan Densitas

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{m_1 - m_2}{\text{volume sampel}}$$

Dimana : m_1 = massa kosong pikno (gram)

m_2 = massapikno + sampel (gram)

v_{sampel} = (5 ml)

Contoh perhitungan pada konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ 2,5 % frekuensi 40 kHz waktu 150 detik dan ratio mol minyak kelapa terhadap methanol 1:9

$$\rho = \frac{18,9434 - 14,5633}{5} = 0,85616 \text{ gram/cm}^3$$

Hasil perhitungan selanjutnya dikerjakan dengan cara yang samadan disajikan pada Tabel D.2

2. Analisa Viskositas, yaitu:

- Peralatan

- Viscometer Ostwald
- Stop watch
- Karet penghisap
- Gelasukur 10 ml
- Pelaksanaan
 - Merendam viscometer dalam water bath pada suhu 40°C dan memasukkan sampel FAME yang akan diukur.
 - Mendiamkan sampel FAME selama 30 menit dengan suhu dalam water bath dijaga tetap pada 40°C dan menghisap sampel melalui pipa kapiler sampai batas a dari alat dan menutup bagian ujung pipa agar permukaan sampel tetap berada pada batas a.
 - Membuka penutup bagian ujung pipa hingga sampel turun sampai batas b dan mencatat waktu yang diperlukan sampel untuk turun sampai batas b sebagai t sampel (dalam detik).
 - Mengeluarkan sampel dari viscometer dan menghitung viskositas sampel dengan persamaan : $\mu = t \times \text{factor tube}$ (dalam satuan centi stoke) dan mencatat hasil analisa viskositas sebagai viskositas 40°C, ASTM D-7279, dengan satuan cSt.
- Perhitungan untuk Viskositas = $t \times k$
 Dimana:
 - t = waktu yang dibutuhkan sampel dari titik a sampai b (detik)
 - k = factor pengali dari viscometer yang digunakan (2,5)
 Contoh perhitungan viskositas pada frekuensi 40 kHz dengan menggunakan konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ 2,5% dan ratio mol minyak kelapa terhadap methanol 1:9
 waktu (t) = 1,769sekon
 viskositas = 1,769sekon x 2,5 = 4,4225Cst
 Hasil perhitungan selanjutnya dikerjakan dengan cara yang sama dan disajikan di Tabel D.3

3. Analisa *Yield Methyl Ester* yaitu:

Perhitungan yield menggunakan pendekatan penurunan viskositas dari minyak kelapa menjadi FAME.

Persamaan yang digunakan adalah :

$$Yield = \frac{\text{massa Produk} \times \text{kadar biodiesel}}{\text{massa minyak kelapa}} \times 100\%$$

Kadar FAME didapat dari :

$$x_2 = \frac{\ln \mu_0 - \ln \mu_1}{\ln \mu_0 - \ln \mu_B}$$

(Tesfa, dkk, 2010)

Dimana :

μ_0 = Viskositas minyak kelapa awal sebelum proses trans-esterifikasi

μ_1 = Viskositas produk FAME

μ_B = Viskositas produk FAME standar (Biosolar)

x_2 = kadar FAME dalam produk (hasil trans-esterifikasi)

Contoh perhitungan yield FAME pada konsentrasi $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 1,5%, frekuensi 40 Khz waktu 150 detik.

Kadar FAME didapat dari :

$$x_2 = \frac{32,5 - 4,0300}{32,5 - 3,875} = 0,982$$

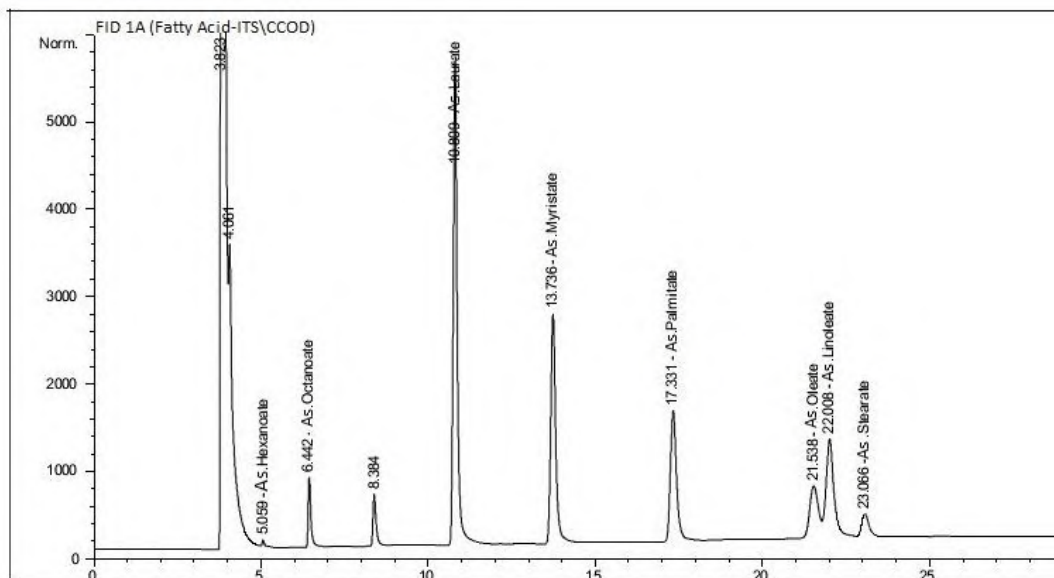
$$Yield = \frac{43,30 \times 0,982}{45,6} \times 100\% = 93,20 \%$$

Hasil perhitungan selanjutnya dihitung dengan cara yang sama dan ditampilkan pada tabel D.4

(halaman ini sengaja dikosongkan)

APPENDIKS C

C.1 Hasil analisa Bahan Baku Minyak Kelapa *merck* Barco dengan metode GC (Gas Chromatography)



Gambar C.1 Hasil Analisa GC Minyak Kelapa *merk* Barco

Data File C:\HPCHEM\1\DATA\FATTY ACID-ITS\CCO.D Sample Name:
CCO-DILUTION
Instrument 1 8/27/2014 12:56:57 PM

HP-INNOWAX 1uL DIRECT

```
=====
=====
Injection Date   : 8/27/2014 12:27:33 PM
Sample Name     : CCO-DILUTION                      Location :
Vial 1
Acq. Operator   :                                     Inj :
1
InjVolume      : Manually
Method         : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M
Last changed   : 8/27/2014 11:07:39 AM
                  (modified after loading)
=====
=====
```

External Standard Report (Sample Amount is 0!)

Sorted By : Signal

Calib. Data Modified : 5/20/2014 11:41:33 AM
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000

Signal 1: FID1 A,

| RetTime [min] | Type | Area [pA*s] | Amt/Area | Amount [(mg/L)] | Grp | Name |
|------------------|-------|----------------|------------|----------------------|-----|-------------|
| 5.059 | BB X+ | 304.42325 | 3.80097 | 1157.10499 | | M.Hexanoate |
| 6.442 | PB + | 4417.74902 | 2.94235 | 1.29985e4 | | M.Octanoate |
| 7.399 | | - | - | - | | M.Nonanoate |
| 10.809 | PB + | 4.65455e4 | 1.51353 | 7.04479e4 | | M.Laurate |
| 13.736 | PB + | 2.69955e4 | 1.40485 | 3.79246e4 | | M.Myristate |
| 17.331 | PB + | 1.86329e4 | 1.25904 | 2.34595e4 | | M.Palmitate |
| 19.303 | | - | - | - | | |
| M.Heptadecanoate | | | | | | |
| 21.538 | BV + | 1.06924e4 | 1.52888 | 1.63475e4 | | M.Oleate |
| 22.008 | VB + | 1.81463e4 | 4.82379e-1 | 8753.38182 | | M.Linoleate |
| 23.066 | PB + | 3545.80908 | 3.09364e-1 | 1096.94699 | | M.Stearate |
| 26.717 | | - | - | - | | |
| M.Arachidate | | | | | | |
| Totals : | | | | 1.72185e5 | | |

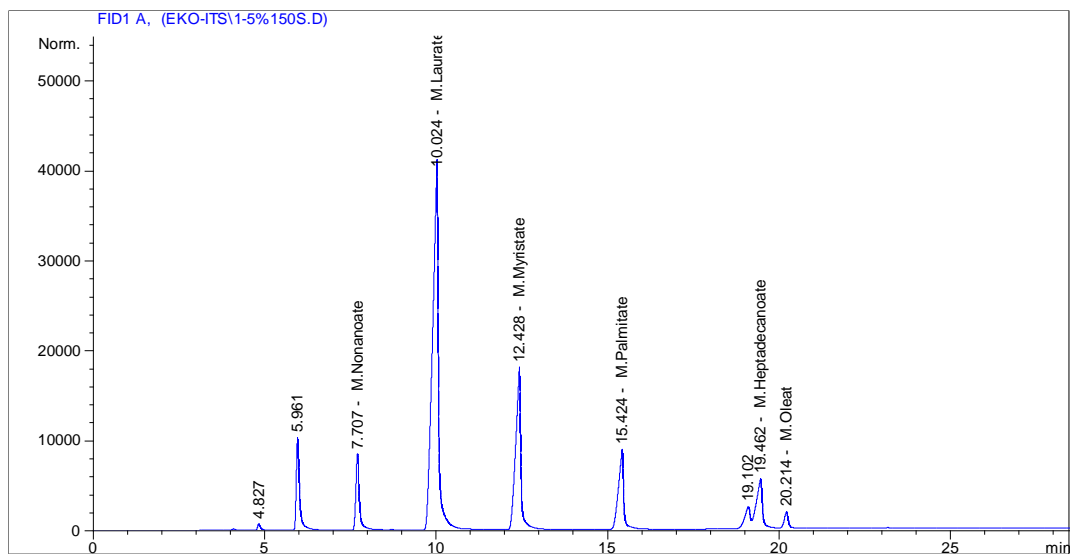
2 Warnings or Errors :

Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)
Warning : Time reference compound(s) not found

=====
=====

*** End of Report ***

C.2 Hasil analisa GC produk FAME menggunakan katalis K/ γ -Al₂O₃



Gambar C.2 HasilAnalisa GC produk FAME

Data File C:\HPCHEM\1\DATA\EKO-ITS\1-5%150S.D Sample Name:
AL203-1,5%-150-S
Instrument 1 1/3/2016 12:33:55 AM

DB-INNOWAX-1uL

```
=====
=====
Injection Date   : 1/3/2016 10:28:53 PM
Sample Name     : AL203-1,5%-150-S          Vial :
1
Acq. Operator   :                          Inj :
1
Acq. Method     : FAMEINOX.M
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M
Last changed    : 1/3/2016 12:29:29 AM
                  (modified after loading)
=====
=====
```

External Standard Report (Sample Amount is 0!)

```
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 1/3/2016 12:28:51 AM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
```

Signal 1: FID1 A,

| RetTime [min] | Type | Area [pA*s] | Amt/Area | Amount [(mg/L)] | Grp | Name |
|------------------|------|----------------|----------|----------------------|-----|------|
|------------------|------|----------------|----------|----------------------|-----|------|

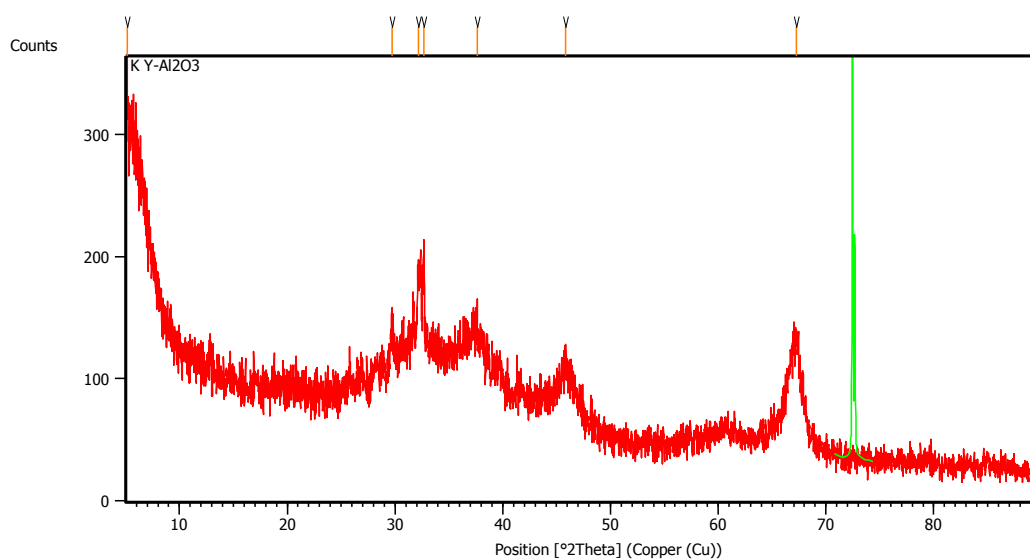
```

-----|-----|-----|-----|-----|--|-----
-----
5.091          -          -          -          M.Hexanoate
6.381          -          -          -          M.Octanoate
7.707 PB  +    6.07304e4    2.64994 1.60932e5    M.Nonanoate
10.024 PB S+   4.96144e5    1.86496 9.25287e5    M.Laurate
12.428 PB  +   1.91278e5    1.40225 2.68219e5    M.Myristate
15.424 BB  +   9.53554e4    1.24706 1.18914e5    M.Palmitate
19.462 VV  +   6.97848e4    1.29754 9.05489e4
M.Heptadecanoate
20.214 VB  +   1.60207e4    3.17158e-1 5081.08078    M.Oleat
21.443          -          -          -          M.Stearate
26.717          -          -          -
M.Arachidate
Totals :                               1.56898e6

=====
=====
*** End of Report ***

```

C.3 Hasil analisa XRD pada Katalis K/ γ -Al₂O₃

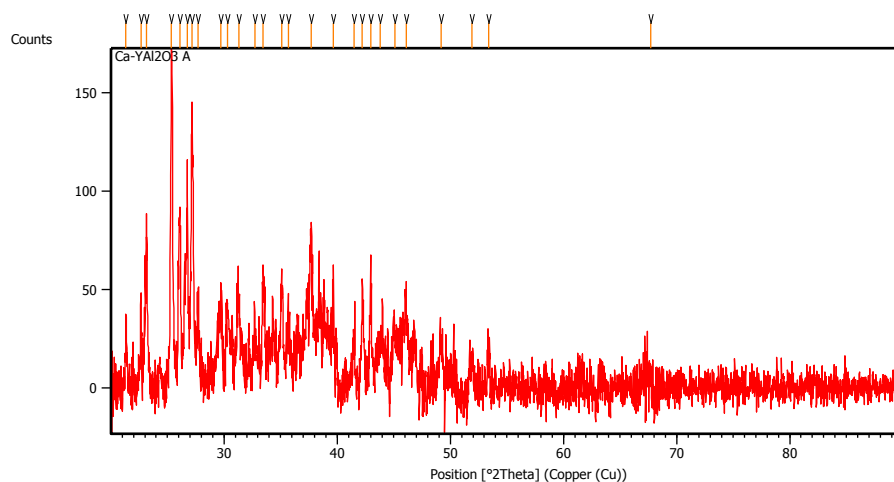


Gambar C.3 Kromatogram Hasil Analisa XRD Katalis K/ γ -Al₂O₃

Tabel C.1 Peak List Hasil Analisa XRD katalis K/ γ -Al₂O₃

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 5.1254 | 62.96 | 0.2007 | 17.24218 | 80.93 |
| 29.7074 | 37.58 | 0.2007 | 3.00734 | 48.31 |
| 32.1459 | 74.04 | 0.2676 | 2.78456 | 95.17 |
| 32.6581 | 77.80 | 0.1338 | 2.74205 | 100.00 |
| 37.6665 | 37.70 | 0.0900 | 2.38619 | 48.46 |
| 45.8260 | 36.32 | 0.0900 | 1.97851 | 46.68 |
| 67.2253 | 45.91 | 0.0900 | 1.39150 | 59.01 |

C.4 Hasil analisa XRD pada Katalis Ca/ γ -Al₂O₃



Gambar C.4 Kromatogram Hasil Analisa XRD Katalis Ca/ γ -Al₂O₃

Tabel C.2 Peak List Hasil Analisa XRD katalis Ca/ γ -Al₂O₃

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 21.3400 | 34.20 | 0.1004 | 4.16380 | 19.93 |
| 22.6726 | 39.78 | 0.1004 | 3.92201 | 23.18 |
| 23.1387 | 87.64 | 0.0836 | 3.84404 | 51.06 |
| 25.3459 | 171.63 | 0.1004 | 3.51407 | 100.00 |
| 26.0965 | 83.21 | 0.2007 | 3.41468 | 48.48 |
| 26.7697 | 104.25 | 0.0669 | 3.33031 | 60.74 |
| 27.1723 | 127.97 | 0.2007 | 3.28187 | 74.56 |
| 27.7022 | 41.68 | 0.1338 | 3.22030 | 24.28 |
| 29.7298 | 38.49 | 0.4015 | 3.00513 | 22.43 |
| 30.3108 | 39.45 | 0.2007 | 2.94883 | 22.99 |
| 31.3014 | 43.64 | 0.2342 | 2.85773 | 25.43 |
| 32.7092 | 32.34 | 0.2007 | 2.73788 | 18.84 |
| 33.4483 | 54.25 | 0.2342 | 2.67906 | 31.61 |
| 35.1297 | 49.72 | 0.1673 | 2.55459 | 28.97 |
| 35.6661 | 35.17 | 0.2676 | 2.51739 | 20.49 |
| 37.6849 | 79.54 | 0.2342 | 2.38705 | 46.34 |
| 39.6392 | 40.26 | 0.2007 | 2.27375 | 23.46 |
| 41.4905 | 21.78 | 0.2007 | 2.17648 | 12.69 |
| 42.2325 | 48.21 | 0.1673 | 2.13994 | 28.09 |
| 42.9825 | 54.35 | 0.1338 | 2.10432 | 31.67 |
| 43.8075 | 23.75 | 0.5353 | 2.06658 | 13.84 |
| 45.0778 | 28.36 | 0.4015 | 2.01126 | 16.52 |
| 46.1113 | 41.14 | 0.2676 | 1.96856 | 23.97 |
| 49.2180 | 22.06 | 0.2676 | 1.85133 | 12.85 |
| 51.8862 | 24.62 | 0.5353 | 1.76223 | 14.35 |
| 53.3917 | 17.53 | 0.1338 | 1.71604 | 10.21 |
| 67.7018 | 32.89 | 0.5353 | 1.38400 | 19.16 |

APPENDIKS D

Tabel D.1 Pengaruh konsentrasi katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap viskositas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | Viskositas Produk FAME (cSt) | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|--|--|--|--|--|
| | | | $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (0,5%) | $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1%) | $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1,5%) | $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2%) | $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2,5%) |
| 20 | 10 | 51 | 17.350 | 10.625 | 8.275 | 8.250 | 8.000 |
| | 20 | 53 | 17.000 | 10.375 | 8.225 | 8.175 | 7.750 |
| | 30 | 55 | 16.875 | 10.300 | 6.625 | 5.525 | 5.475 |
| | 60 | 56 | 16.325 | 9.125 | 5.450 | 5.225 | 4.725 |
| | 90 | 57 | 15.525 | 6.950 | 5.775 | 5.650 | 4.950 |
| | 120 | 58 | 12.800 | 6.875 | 5.075 | 5.025 | 4.925 |
| | 150 | 59 | 8.468 | 6.625 | 4.830 | 4.808 | 4.550 |
| 40 | 10 | 52 | 16.875 | 10.300 | 7.825 | 7.775 | 7.500 |
| | 20 | 55 | 16.625 | 9.375 | 7.775 | 7.525 | 7.400 |
| | 30 | 56 | 17.268 | 5.625 | 5.728 | 5.455 | 4.905 |
| | 60 | 57 | 15.898 | 4.975 | 4.550 | 4.405 | 4.333 |
| | 90 | 58 | 12.783 | 5.475 | 4.003 | 4.430 | 4.085 |
| | 120 | 59 | 10.223 | 4.875 | 4.093 | 4.475 | 4.088 |
| | 150 | 60 | 7.625 | 4.303 | 4.280 | 4.270 | 4.173 |

Tabel D.2 Pengaruh konsentrasi katalis $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap viskositas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | Viskositas Produk FAME (cSt) | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|--|--|--|--|--|
| | | | $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (0,5%) | $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1%) | $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1,5%) | $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2%) | $\text{Ca}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2,5%) |
| 20 | 30 | 55 | 26.250 | 25.750 | 25.500 | 24.750 | 23.250 |
| | 60 | 56 | 26.075 | 25.825 | 23.325 | 20.575 | 20.425 |
| | 90 | 57 | 22.450 | 21.825 | 19.825 | 19.125 | 19.025 |
| | 120 | 58 | 22.400 | 21.875 | 21.425 | 20.850 | 20.850 |
| | 150 | 59 | 19.400 | 17.225 | 15.800 | 14.675 | 13.125 |
| 40 | 30 | 56 | 24.950 | 24.200 | 23.300 | 23.025 | 22.525 |
| | 60 | 57 | 24.675 | 23.950 | 22.225 | 19.950 | 19.125 |
| | 90 | 58 | 19.325 | 19.125 | 18.025 | 17.450 | 16.525 |
| | 120 | 59 | 16.900 | 16.350 | 15.200 | 14.400 | 14.075 |
| | 150 | 60 | 15.825 | 14.550 | 13.600 | 13.400 | 12.375 |

Tabel D.3 Hubungan konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ terhadap yield produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | Yield (%) | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|---|---|---|---|---|
| | | | K/ γ -Al ₂ O ₃ (0,5%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (1%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (1,5%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (2%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 20 | 10 | 51 | 3.567 | 6.509 | 9.073 | 10.337 | 10.815 |
| | 20 | 53 | 10.531 | 30.507 | 37.080 | 40.746 | 44.510 |
| | 30 | 55 | 11.996 | 45.797 | 61.056 | 69.068 | 74.939 |
| | 60 | 56 | 20.448 | 51.279 | 70.079 | 75.296 | 81.806 |
| | 90 | 57 | 22.946 | 63.146 | 74.218 | 77.180 | 81.868 |
| | 120 | 58 | 30.555 | 64.567 | 79.627 | 82.602 | 84.794 |
| | 150 | 59 | 49.444 | 66.172 | 80.968 | 83.023 | 87.442 |
| 40 | 10 | 52 | 4.587 | 8.440 | 13.783 | 14.717 | 17.788 |
| | 20 | 55 | 11.834 | 36.958 | 44.498 | 48.547 | 51.850 |
| | 30 | 56 | 12.584 | 71.172 | 75.450 | 77.156 | 82.833 |
| | 60 | 57 | 26.800 | 78.225 | 86.225 | 87.303 | 88.664 |
| | 90 | 58 | 32.832 | 80.336 | 88.416 | 89.290 | 90.568 |
| | 120 | 59 | 41.897 | 84.184 | 89.307 | 89.463 | 90.862 |
| | 150 | 60 | 61.736 | 85.514 | 90.509 | 92.141 | 93.761 |

Tabel D.4 Hubungan konsentrasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃ terhadap yield produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | Yield (%) | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|--|--|--|--|--|
| | | | Ca/ γ - Al ₂ O ₃ (0,5%) | Ca/ γ - Al ₂ O ₃ (1%) | Ca/ γ - Al ₂ O ₃ (1,5%) | Ca/ γ - Al ₂ O ₃ (2%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 20 | 30 | 55 | 3.909 | 4.590 | 5.030 | 5.924 | 6.952 |
| | 60 | 56 | 4.572 | 6.925 | 10.162 | 14.218 | 14.805 |
| | 90 | 57 | 11.490 | 12.782 | 16.367 | 17.907 | 17.195 |
| | 120 | 58 | 12.204 | 13.549 | 14.484 | 15.164 | 17.584 |
| | 150 | 59 | 16.584 | 22.370 | 23.025 | 24.711 | 27.255 |
| 40 | 30 | 56 | 5.260 | 6.016 | 7.477 | 7.858 | 8.740 |
| | 60 | 57 | 6.016 | 7.920 | 9.746 | 12.646 | 14.632 |
| | 90 | 58 | 10.951 | 15.009 | 17.433 | 18.180 | 20.317 |
| | 120 | 59 | 20.438 | 20.233 | 22.710 | 23.494 | 24.757 |
| | 150 | 60 | 22.990 | 24.157 | 26.653 | 28.002 | 29.760 |

Tabel D.5 Hubungan konsentrasi katalis K/ γ -Al₂O₃ terhadap Densitas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | Densitas (gr/cm ³) | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|---|---|---|---|---|
| | | | K/ γ -Al ₂ O ₃ (0,5%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (1%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (1,5%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (2%) | K/ γ -Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 20 | 10 | 51 | 0.899 | 0.899 | 0.898 | 0.898 | 0.898 |
| | 20 | 53 | 0.899 | 0.899 | 0.898 | 0.898 | 0.886 |
| | 30 | 55 | 0.901 | 0.880 | 0.877 | 0.875 | 0.876 |
| | 60 | 56 | 0.886 | 0.871 | 0.891 | 0.872 | 0.868 |
| | 90 | 57 | 0.883 | 0.887 | 0.857 | 0.872 | 0.868 |
| | 120 | 58 | 0.894 | 0.879 | 0.873 | 0.879 | 0.867 |
| | 150 | 59 | 0.877 | 0.875 | 0.853 | 0.882 | 0.858 |
| 40 | 10 | 52 | 0.899 | 0.899 | 0.898 | 0.898 | 0.898 |
| | 20 | 55 | 0.899 | 0.898 | 0.898 | 0.885 | 0.886 |
| | 30 | 56 | 0.899 | 0.878 | 0.875 | 0.873 | 0.874 |
| | 60 | 57 | 0.884 | 0.869 | 0.889 | 0.870 | 0.867 |
| | 90 | 58 | 0.881 | 0.885 | 0.855 | 0.870 | 0.855 |
| | 120 | 59 | 0.892 | 0.877 | 0.871 | 0.877 | 0.852 |
| | 150 | 60 | 0.875 | 0.873 | 0.851 | 0.880 | 0.856 |

Tabel D.6 Hubungan konsentrasi katalis Ca/ γ -Al₂O₃ terhadap Densitas produk FAME pada variasi frekuensi dan waktu yang telah ditetapkan

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | Densitas (gr/cm ³) | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|--|--|--|--|--|
| | | | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (0,5%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (1%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (1,5%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (2%) | Ca/ γ -Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 20 | 30 | 55 | 0.919 | 0.916 | 0.914 | 0.915 | 0.915 |
| | 60 | 56 | 0.908 | 0.907 | 0.911 | 0.911 | 0.907 |
| | 90 | 57 | 0.908 | 0.907 | 0.915 | 0.911 | 0.907 |
| | 120 | 58 | 0.914 | 0.918 | 0.912 | 0.918 | 0.912 |
| | 150 | 59 | 0.916 | 0.914 | 0.907 | 0.906 | 0.906 |
| 40 | 30 | 56 | 0.917 | 0.915 | 0.914 | 0.915 | 0.913 |
| | 60 | 57 | 0.908 | 0.907 | 0.909 | 0.909 | 0.909 |
| | 90 | 58 | 0.908 | 0.923 | 0.911 | 0.909 | 0.908 |
| | 120 | 59 | 0.912 | 0.917 | 0.909 | 0.916 | 0.891 |
| | 150 | 60 | 0.915 | 0.914 | 0.910 | 0.906 | 0.903 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

APPENDIKS E

KINETIKA REAKSI

E.1 Perhitungan Modulus *Thiele* katalis K/Al₂O₃ pada reaktor batch

Modulus thiele dihitung berdasarkan persamaan (4.19) berikut :

$$\varphi = \frac{R_p}{3} \sqrt{\frac{k}{D_{eff}}} ; L = \frac{R_p}{3}$$

Pada reactor batch digunakan katalis yang berbentuk powder, maka harga $L = \frac{R_p}{3}$

Data-data yang diketahui:

R_p = jari-jari partikel = 2,7643 $\mu\text{m}/2 = 2,7643 \times 10^{-6}$ m/2, diameter rata-rata diperoleh dari analisa *SEM*

d_m = diameter molekul TG = 2 nm = 2×10^{-9} m (Lukic, 2006)

d_p = diameter pori = 66,12 Å = $6,612 \times 10^{-9}$ m (dari hasil analisa BET)

$$K_r = \left(1 - \frac{d_m}{d_p}\right), \text{ untuk } d_m/d_p < 1$$

$$K_r = 0,4321$$

$$D = 7,8 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}, \text{ Lukic, dkk (2009)}$$

$$\tau_p = 6 \text{ (Lukic, 2009)}$$

$$\varepsilon_p = 0,5 \text{ (Lukic, dkk, 2009)}$$

$$k' = 0,032/\text{detik}$$

$$D_e = \frac{D \varepsilon_p K_r}{\tau_p}$$

$$D_e = \frac{7,8 \times 10^{-10} \times 0,5 \times 0,4321}{6} = 4,5399 \times 10^{-11}$$

$$\varphi = \frac{R_p}{3} \sqrt{\frac{k'}{D_{eff}}} ; L = \frac{R_p}{3}$$

Dengan memasukkan harga R, k', dan De, maka dapat diperoleh nilai $\varphi = 0,0107$

Untuk *effectiveness factor*

$$\eta = \frac{\tanh \varphi}{\varphi} = 0,99996$$

Dengan $\phi \leq 0,4$ dan $\eta \approx 1$, menyatakan bahwa tahanan difusi dapat diabaikan dan yang mengontrol adalah reaksi kimia (Fogler, bab 12).

Perhitungan *weiz modulus* dapat dihitung dengan persamaan

$$M_w = \eta \phi^2 = 0,99996 \times (0,0107)^2 = 0,00011563$$

Karena nilai Modulus Weisz $0,00011563 < 0,15$: maka konsentrasi katalis mendekati ukuran yang seragam. Dengan diperolehnya nilai Modulus Thiele dan Modulus Weisz menunjukkan bahwa yang mengontrol adalah reaksi kimia.

E.2 Perhitungan Modulus *Thiele* katalis $\text{Ca/Al}_2\text{O}_3$ pada reaktor batch

Modulus thiele dihitung berdasarkan persamaan (4.19) berikut :

$$\phi = \frac{R_p}{3} \sqrt{\frac{k}{D_{eff}}} ; L = \frac{R_p}{3}$$

Pada reactor batch digunakan katalis yang berbentuk powder, maka harga $L = \frac{R_p}{3}$

Data-data yang diketahui:

R_p = jari-jari partikel = $2,914 \mu\text{m}/2 = 2,914 \times 10^{-6} \text{ m}/2$, diameter rata-rata diperoleh dari analisa *SEM*

d_m = diameter molekul TG = $2 \text{ nm} = 2 \times 10^{-9} \text{ m}$ (Lukic, 2006)

d_p = diameter pori = $35,21 \text{ nm} = 3,521 \times 10^{-9} \text{ m}$ (dari hasil analisa BET)

$$K_r = \left(1 - \frac{d_m}{d_p}\right), \text{ untuk } d_m/d_p < 1$$

$$K_r = 0,4321$$

$D = 7,8 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$, Lukic, dkk (2009)

$\tau_p = 6$ (Lukic, 2009)

$\varepsilon_p = 0,5$ (Lukic, dkk, 2009)

$k' = 0,002/\text{detik}$

$$D_e = \frac{D \varepsilon_p K_r}{\tau_p}$$

$$D_e = \frac{7,8 \times 10^{-10} \times 0,5 \times 0,4321}{6} = 4,5399 \times 10^{-11}$$

$$\phi = \frac{R_p}{3} \sqrt{\frac{k'}{D_{eff}}} ; L = \frac{R_p}{3}$$

Dengan memasukkan harga R , k' , dan D_e , maka dapat diperoleh nilai $\phi = 0,0041$

Untuk *effectiveness factor*

$$\eta = \frac{\tanh \phi}{\phi} = 0,99994$$

Dengan $\phi \leq 0,4$ dan $\eta \approx 1$, menyatakan bahwa tahanan difusi dapat diabaikan dan yang mengontrol adalah reaksi kimia (Fogler, bab 12).

Perhitungan *weiz modulus* dapat dihitung dengan persamaan

$$M_w = \eta \phi^2 = 0,99994 \times (0,0041)^2 = 0,000016796$$

Karena nilai Modulus Weisz $0,000016796 < 0,15$: maka konsentrasi katalis mendekati ukuran yang seragam. Dengan diperolehnya nilai Modulus Thiele dan Modulus Weisz menunjukkan bahwa yang mengontrol adalah reaksi kimia.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

APPENDIKS F

DATA HASIL PENELITIAN

F.1 Hasil perhitungan $-\ln(1-\eta)$ pada reaksi transterifikasi dengan katalis K/ γ - Al_2O_3 menggunakan gelombang ultrasonic.

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | $-\ln(1-\eta)$ | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|--|--------------------------------------|--|--------------------------------------|--|
| | | | K/g- Al_2O_3 (0,5%) | K/g- Al_2O_3 (1%) | K/g- Al_2O_3 (1,5%) | K/g- Al_2O_3 (2%) | K/g- Al_2O_3 (2,5%) |
| 20 | 10 | 51 | 0.036 | 0.067 | 0.095 | 0.109 | 0.114 |
| | 20 | 53 | 0.111 | 0.364 | 0.463 | 0.523 | 0.589 |
| | 30 | 55 | 0.151 | 0.612 | 0.943 | 1.173 | 1.384 |
| | 60 | 56 | 0.229 | 0.719 | 1.207 | 1.398 | 1.704 |
| | 90 | 57 | 0.261 | 0.998 | 1.355 | 1.478 | 1.707 |
| | 120 | 58 | 0.365 | 1.038 | 1.591 | 1.749 | 1.883 |
| | 150 | 59 | 0.682 | 1.084 | 1.659 | 1.773 | 2.075 |
| 40 | 10 | 52 | 0.047 | 0.088 | 0.148 | 0.159 | 0.196 |
| | 20 | 55 | 0.126 | 0.461 | 0.589 | 0.665 | 0.731 |
| | 30 | 56 | 0.165 | 1.244 | 1.404 | 1.477 | 1.762 |
| | 60 | 57 | 0.312 | 1.524 | 1.982 | 2.064 | 2.177 |
| | 90 | 58 | 0.398 | 1.626 | 2.156 | 2.234 | 2.361 |
| | 120 | 59 | 0.543 | 1.844 | 2.236 | 2.250 | 2.393 |
| | 150 | 60 | 0.961 | 1.932 | 2.355 | 2.544 | 2.774 |

F.2 Hasil perhitungan $-\ln(1-\eta)$ pada reaksi transterifikasi dengan katalis Ca/ γ - Al_2O_3 menggunakan gelombang ultrasonic.

| Frekuensi (Hz) | Waktu (detik) | T (°C) | $-\ln(1-\eta)$ | | | | |
|-------------------|------------------|-----------|---|---------------------------------------|---|---------------------------------------|---|
| | | | Ca/g- Al_2O_3 (0,5%) | Ca/g- Al_2O_3 (1%) | Ca/g- Al_2O_3 (1,5%) | Ca/g- Al_2O_3 (2%) | Ca/g- Al_2O_3 (2,5%) |
| 20 | 30 | 55 | 0.040 | 0.047 | 0.052 | 0.061 | 0.072 |
| | 60 | 56 | 0.047 | 0.072 | 0.107 | 0.153 | 0.160 |
| | 90 | 57 | 0.122 | 0.137 | 0.179 | 0.197 | 0.189 |
| | 120 | 58 | 0.130 | 0.146 | 0.156 | 0.164 | 0.193 |
| | 150 | 59 | 0.181 | 0.253 | 0.262 | 0.284 | 0.318 |
| 40 | 30 | 56 | 0.054 | 0.062 | 0.078 | 0.082 | 0.091 |
| | 60 | 57 | 0.062 | 0.083 | 0.103 | 0.135 | 0.158 |
| | 90 | 58 | 0.116 | 0.163 | 0.192 | 0.201 | 0.227 |
| | 120 | 59 | 0.229 | 0.226 | 0.258 | 0.268 | 0.284 |
| | 150 | 60 | 0.261 | 0.276 | 0.310 | 0.329 | 0.353 |

F.3 Nilai k untuk katalis K/ γ -Al₂O₃ menggunakan gelombang ultrasonic.

| T _{ave} (°C) | Nilai k | | | | |
|-----------------------|--|--|--|--|--|
| | K/g-Al ₂ O ₃ (0,5%) | K/g-Al ₂ O ₃ (1%) | K/g-Al ₂ O ₃ (1,5%) | K/g-Al ₂ O ₃ (2%) | K/g-Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 57 | 0.0053 | 0.0213 | 0.032 | 0.0393 | 0.0463 |
| 58 | 0.0057 | 0.0410 | 0.0465 | 0.0493 | 0.0582 |

F.4 Nilai k untuk katalis Ca/ γ -Al₂O₃ menggunakan gelombang ultrasonic.

| T _{ave} (°C) | Nilai k | | | | |
|-----------------------|---|---|---|---|---|
| | Ca/g-Al ₂ O ₃ (0,5%) | Ca/g-Al ₂ O ₃ (1%) | Ca/g-Al ₂ O ₃ (1,5%) | Ca/g-Al ₂ O ₃ (2%) | Ca/g-Al ₂ O ₃ (2,5%) |
| 57 | 0.0012 | 0.0017 | 0.0015 | 0.0016 | 0.0019 |
| 58 | 0.0018 | 0.0022 | 0.0019 | 0.0021 | 0.0023 |

BAB 5

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Dari hasil penelitian dapat dilihat bahwa semakin tinggi jumlah katalis yang digunakan yield yang dihasilkan cenderung meningkat, pada penelitian ini diperoleh yield tertinggi adalah 93,76% dengan konsentrasi katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2,5% dan waktu reaksi 150 detik.
2. Bertambahnya waktu reaksi menyebabkan adanya kenaikan suhu pada *ultrasonic cleaning bath* sehingga hal ini mempengaruhi yield yang dihasilkan pada proses transesterifikasi. *Ultrasonic cleaning bath* memberikan efek thermal yang besar ditandai dengan adanya kenaikan suhu dan kenaikan yield produk FAME yang dihasilkan. Semakin lama waktu reaksi, yield yang diperoleh semakin besar.
3. Proses transesterifikasi menggunakan gelombang ultrasonic sangat efektif dan efisien dalam meningkatkan *yield* produk, karena adanya efek kavitasi, efek termal dan mekanik yang dimiliki oleh gelombang ultrasonic.
4. Dari hasil perhitungan kinetika reaksi diperoleh bahwa reaksi transesterifikasi minyak kelapa menggunakan gelombang ultrasonic merupakan reaksi dengan orde reaksi 1. Diperoleh nilai k untuk katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ $(0,053 - 0,058)^{-s}$ dan untuk katalis $Ca/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ $(0,0012 - 0,0023)^{-s}$. Dan energi aktivasi untuk katalis $K/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 6,287 kJ/mol dan katalis $Ca/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 5,251 kJ/mol.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Alonso DM, Mariscal R, Moreno-Tost R, Poves MDZ, Granados ML. (2007) Potassium leaching during triglyceride transesterification using K/g-Al₂O₃ catalysts. *Catal Commun*;8:2074–80.
- Arumugam, Sivasamy, Check, Kien Yoo dkk. (2009), *Catalytic Applications in the Production of Biodiesel from Vegetable Oils*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.
- Atadashi, I.M., Aroua, M.K., Aziz, A.R.A., Sulaiman, N.M.N, (2013), “The effects of Catalyst in Biodiesel Production, A Review”. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 19, hal. 14-26.
- Augustine, Robert. L.,(1996), *Heterogenous Catalysis for the Synthetic Chemist*, Department of Chemistry Seton Hall University South Orange, New Jersey.
- Budiman, A dkk,(2014), Biodiesel: Bahan Baku, Proses, dan Teknologi,Gajah Mada University Press,Yogyakarta.
- Chen, Y.H., Huang, Y.H., Lin, R.H., Shang, N.C., Chang, C.Y., Chang, C.C., Chiang, P.C., Hu, C.Y., (2011), “Biodiesel production in a rotating packed bed using K/γ-Al₂O₃ solid catalyst”, *Journal of The Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 42, hal. 937-944.
- Chen, G., Shan, R., Shi, J., Yan, B. (2014), “Ultrasonic-assisted production of biodiesel from transesterification of palm oil over ostrich eggshell-derived CaO catalysts”, *Bioresource Technology* vol. 171, hal. 428–432
- Demirbas A., (2002), “Biodiesel from vegetable oils via transesterification in supercritical methanol”, *Energy Convers Manag* Vol. 43, hal. 2349–56.
- Departemen Pertanian, (2005), *Revitalisasi Pertanian, Perikanan, Dan Kehutanan (RPPK)*, www.deptan.go.id
- Deshmane, V. G., Gogate, P. R., and Pandit, A. B., (2009), “Ultrasound-Assisted Synthesis of Biodiesel from Palm Fatty Acid Distillate”, *Ind. Eng. Chem. Res.* Vol. 48, hal. 7923-7927.

- Devitria, R dkk.(2013),“Sintesis Biodiesel dengan Katalis Heterogen Lempung Cengar Yang Diaktivasi dengan NaOH: Pengaruh Waktu Reaksi dan Rasio Molar Minyak:Methanol, *Indonesian Chemisty Acta* Volume 3 (2) Mei 2013.
- Diasakou, M., Louloudi, A., Papayannakos, N., (1998), “Kinetics of the noncatalytic transesterification of soybean oil”, *Fuel*, Vol. 77, No. 12, hal. 1297-1302.
- Diaz, R.S., and F.C. Galindo. (2007),*Coco Metil Ester (CME) – The Perfect Diesel*,<http://moritz.botany.ut.ee>. (18 November 2008)
- Ebiura T, Echizen T, Ishikawa A, Murai K, Baba T. (2005) Selective transesterification of triolein with methanol to methyl oleate and glycerol using alumina loaded with alkali metal salt as a solid-base catalyst. *Appl Catal A*;283:111–6
- Evangelista, J.P.C., Chellappa, T., Coriouza, A.C.F., Araujo, A.S., (2012),“Synthesis of alumina impregnated with potassium iodide catalyst for biodiesel production from rice bran oil”, *Fuel Processing Technology*, vol. 104, hal. 90-95.
- Firmansyah, J dan Tama, H. H. (2014),Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Kelapa Menggunakan Pemanasan Gelombang Ultrasonik,Jurnal Teknik POMITS Vol. xxx.
- Fogler, H.S. (1999), “*Element of chemical reaction engineering*”, 3 ed, Prentice Hall, New Jersey.
- Freedman, B., Butterfield, R.O., Pryde, E.H., (1985), “Transesterificatio kinetics of soybean oil”, *JAACS*, Vol. 63, No. 10, hal. 1375-1380.
- Guo, F., Fang, Z., (2011), “*Biodiesel Production with Solid Catalyst*”, *Biodiesel-Feedstocks and Processing Technologies*, www.interchopen.com, vol. 16, hal. 340-358.
- Hajek, M., Skopal, F., Capek, L., Cernoch, M., Kutalek P., (2012), Ethanolysis of rapeseed oil by KOH as homogeneous and as heterogeneous catalyst supported on alumina and CaO”, *Energy*, vol. 48, hal. 392-397.
- Haryanto, Bode. (2002), Bahan Bakar Alternatif Biodiesel, Jurusan Teknik Kimia Universitas Sumatera Utara. USU digital library.

- Heiman, W. (1976), *Grundzuge der Lebensmittelchemie*, Dr. Dietrich Steinkopff Verlag. Darmstadt
- Ilgen, O., Akin, A.N., (2009), "Development of alumina supported alkaline catalyst used for biodiesel production", *Turk J Chem*, Vol. 33, hal. 281-287.
- Indah, Tuti dkk. (2011), Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit, Prosiding Seminar Nasional AVoER ke-3. Palembang. Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya.
- Islam, A., Yap, Y.H.T., Chan, E.S., Moniruzzaman, M., Islam, S., Nabi, Md.N (2014), "Advances in solid-catalytic and non-catalytic technologies for biodiesel production", *Energi Conversion and Management*, xxx,xxx-xxx.
- Jain, S., Sharma, M.P., (2010), "Kinetics of acid base catalyzed transesterification of jatropha curcas oil", *Bioresource Technology*, Vol. 101, hal 7701-7706.
- Joelinaningsih, Armansyah, dan Tambunan, (2006), *Perkembangan Proses Pembuatan Biodiesel sebagai Bahan Bakar Nabati*.
- Kembaryanti, Sri Putri dkk. (2012), Study Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa (Coconut Oil) dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik, Jurusan Teknik Kimia. Universitas Gadjah Mada. Jogjakarta.
- Ketaren, S. (1986), *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*, Cetakan Pertama. Jakarta : UI-Press.
- Kusdiana, D., Saka., S (2001), "Kinetics of transesterification in rapessed oil to biodiesel fuel as treated in supercritical methanol", *Fuel*, Vol. 80, hal. 693-698.
- Kutalek, P., Capek, L., Smolakova, L., Kubicha, D., Hajek, M (2014), "Aspects of stability of K/ γ -Al₂O₃ catalyss for the transesterification of rapeseed oil in batch and fixed bed reactors", *Chinese Journal of Catalysis*, vol. 35, hal. 1084-1090.
- Lee, S and Shah Y.T (2013), *Biofuels and Bioenergy Processes and Technologies*. CRS Press. New York.
- Leeuwen, Piet W.N.M. van. dan Chadwick, John C.,(2000), *Homogeneous Catalysis*. Kluwer Academic Publishers, London
- Lestari, Hidayah Dwi. (2006), "Sintesis Katalis NiMo untuk Reaksi Hydrotreating Coker Nafta". Prodi Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung.

- Levenspiel, O., (1999), "Chemical Reaction Engineering Third Edition" John Wiley & Sons, New York.
- Lucic, I., Krstic, J., D., Skala, D., (2009), "Alumina/silica supported K_2CO_3 as a catalyst for biodiesel synthesis from sunflower oil", *Bioresource Technology*, Vol. 100, hal. 4690-4696.
- Mahamuni, N. N., dan Adewuyi, Y.G., (2009), "Optimization of the Synthesis of Biodiesel via Ultrasound-Enhanced Base-Catalyzed Transesterification of Soybean Oil Using a Multifrequency Ultrasonic Reactor", *Energy & Fuels*, vol. 23, hal. 2757-2766.
- Maharani., Zuliyana. (2010), *Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Methanol dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi*. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Mason, T.J. (1999), *Advances in Sonochemistry*. Oxford University Press, New York.
- Mootabadi, H., Salamatina, B., Bhatia, S., Abdullah, A.Z. (2010), "Ultrasonic-assisted biodiesel production process from palm oil using alkaline earth metal oxides as the heterogeneous catalysts", *Fuel* vol. 89, hal 1818–1825.
- Noiroj, K., Intarapong., Leungemitchai, A., In, S.J. (2009), "A Comparative study of $KOH/\gamma-Al_2O_3$ dan KOH/NaY catalyst for biodiesel production via transesterification from oil", *Renewable Energy*, vol. 34, hal. 1145-1150.
- Pasupulety, N., Gunda, K., Liu, Y., Rempel, G.L., Ng, F.T.T. (2013), "Production of biodiesel from soybean oil on CaO/Al_2O_3 solid base", *Applied Catalysis A: General*, vol. 452, hal. 189-202.
- Prihandana R., Hendroko R. & Nuramin M. (2006), *Menghasilkan Biodiesel Murah Mengatasi Polusi dan Kelangkaan BBM*, PT. Agromedia Pustaka. Jakarta.
- Pukale, D.D., Maddikeri, G.L., Gogate, G.R., Pandit, A.B., Pratap, A.P. (2014) "Ultrasound assisted transesterification of waste cooking oil using heterogeneous solid catalyst", *Ultrasonics Sonochemistry* 2616.
- Quitain, A.T., Katoh, S., Goto, M., (2008), "Microwave-Assisted Synthesis of Biofuels", www.inntechopen.com, vol. 16, hal. 415-435.

- Rachmaniah,O.,(2004), Studi Kinetika Transesterifikasi Dengan Katalis Asam (Hcl) Minyak Mentah Dedak Padi Menjadi Biodiesel. Laporan Tesis, Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS. Surabaya
- Santos, F.F.P., Matos, L.J.B.L.,Rodrigues, S., and Fernandes, F.A.N.,(2009), “Optimization of the Production of Methyl Esters from Sobebean Waste Oil Applying Ultrasound Technology”, *Energy and Fuels*, Vol. 23, hal. 4116-4120.
- Setyawan, (1995), "Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis", *Jurnal Ilmu Kimia*, Vol.3, hal. 2.
- Shahid, E.M., Jamal, Y., (2011), “Production of biodiesel: A technical review”. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 15, hal. 4732-4745.
- Sharma, Y.C., Singh, B., Korstad, J., (2011), “Latest development on application of heterogeneous basic catalysts for an efficient and eco friendly synthesis of biodiesel: A review”, *Fuel*, vol. 90, hal. 1309-1324.
- Sing, A.K., Fernando, S.D., (2007), “Reaction Kinetics of Soybean oil transesterification using heterogeneous metal oxide catalysts”, *Chem. Eng. Technol*, Vol. 30, No. 12, hal. 1716-1720.
- Supardan, M.D., (2011), “Penggunaan Ultrasonik untuk Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas”,*Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* Vol. 8, No. 1, hal. 11-16 ISSN 1412-5064.
- Susilo, B (2007), Studi penggunaan ultrasonik untuk transesterifikasi minyak tanaman menjadi biodiesel. *Prosiding Konferensi Nasional 2007 : Pemanfaatan Hasil Samping Industri dan Industri Etanol Serta Pengembangan Industri Integratednya. Hotel Senayan Jakarta. SBRC LPPM – IPB Bogor. ISBN 978-979-1312-11-0.*
- Thomas, J. M. dan Thomas, W. J., (1997), *Principles and Practice of Heterogeneous Catalysis*, John Wiley-VCH, New York
- Trisnobudi, A. (2001), Aplikasi Ultrasonik. Departemen fisika Teknik. Penerbit ITB, Bandung.

- Vicente, G., Martinez, M., Aracil, J.,(2004), “Integrated biodiesel production: a comparison of different homogeneous catalyst systems”. *Bioresource Technology*, Vol. 92, hal. 27-30.
- Vujivic, Comic, D., Zarubica, A., Micic, R., Boscovic, G. (2010), “Kinetic of Biodiesel Synthesis from sunflower oil over CaO heterogeneous catalyst”, *J Fuel*, Vol. 89, hal. 2054-2061.
- Vyas, A.P., Verma, J.L., Subrahmanyam, N, (2010), “A review on FAME production processes”, *Fuel* vol. 89, hal. 1–9
- Wirawan,S.S., Tambunan, A.H., (2006),“*The Current Status and Prospects of Biodiesel Development In Indonesia: A Review*”. Department of Agricultural Engineering, Bogor Agricultural University
- Xie, W., Li, H., (2006), “Alumina-supported potassium iodine as a heterogeneous catalyst for biodiesel production from soybean oil”, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Vol.255, hal. 1-9.
- Zabeti M, Daud, W.H.AM., Aroua, M.K. (2009), “Activity of Solid Catalysts for Biodiesel Production: A review”, *Fuel Processing Technology*, vol. 90, hal. 770-777.
- Zabeti M, Daud, W.H.AM., Aroua, M.K. (2010), “Biodiesel production using alumina-supported calcium oxide: Anoptimization study”, *Fuel Processin Technology*, Vol. 91, hal. 243-248.
- Zhang, S.S., Zu, Y.G., Fu, Y.J., Luo, M.,Zhang, D.Y., Efferth, T., (2010), “Rapid ultrasonic-assisted transesterification of yellow horn oil to biodiesel using a heteropolyacid solid catalyst”,*Journal Bioresource Technology*, Vol. 101, hal. 931-936.
- Zumdahl, Steven, S., (2009), *Chemical principles 6th Ed.* Houhton Mifflin Company. P. A21. ISBN 0-618-94690-X.

RIWAYAT PENULIS



Eko Supriadi lahir pada tanggal 21 Juni 1986 di Payolebar, sebuah Desa di Provinsi Jambi dengan mayoritas penduduknya transmigran dari pulau Jawa. Penulis merupakan putra pertama dari pasangan Sulimin dan Sumini. Kakak dari Fajar Sugiarto ini menempuh pendidikan formal di SDN 185/VI Desa Payolebar dan Tamat pada tahun 1998, kemudian melanjutkan pendidikan di SMPN 1 Pelawan Singkut (Sekarang SMPN 3 Sarolangun) dan Tamat pada tahun 2001 pada tahun yang sama melanjutkan pendidikan di SMAN 1 Pelawan Singkut (sekarang SMAN 2 Sarolangun) dan lulus pada tahun 2004, selama SMA penulis juga bekerja sebagai pencatat meter di PT. PLN (Persero) Sub Ranting Singkut. Pada tahun 2004 penulis melanjutkan pendidikan di Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan FMIPA FKIP Universitas Jambi melalui jalur PMDK dan lulus pada tahun 2009. Setelah lulus kuliah Suami dari Sri Wahyu Utami Puspita Wijaya ini bekerja di Program Magister Teknologi Pendidikan Program Pascasarjana Universitas Jambi sebagai Staf Akademik dan Kemahasiswaan (2009-2013). Sejak tahun 2011 penulis juga merupakan Dosen pengajar tetap di Sekolah Tinggi Teknologi Nasional (STITEKNAS) Jambi. Pada tahun 2013 penulis melanjutkan pendidikan dengan mengikuti Program Beasiswa Pra-S2 Saintek/3T dari DIKTI, penulis mengikuti program Pra-S2 selama 1 tahun (2013-2014) di Jurusan Kimia Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, dan pada tahun 2014 melanjutkan pendidikan Magister di Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Penulis melakukan penelitian untuk Tugas Akhir (Tesis) yang berjudul “Pembuatan Biofuel dari Minyak Kelapa dengan Bantuan Gelombang *Ultrasonic*” di Laboratorium Teknologi Proses Jurusan Teknik Kimia. Penulis pernah mengikuti Seminar Internasional *The 6th Annual Basic Science International Conference* yang diadakan di Malang pada tanggal 2-3 Maret 2016 sebagai *presenter* dengan judul artikel *Ultrasound-Assisted for Biofuel Production from Coconut Oil*.

Korespondensi : ekoadie86@gmail.com/081259006508

